

THESES

présentées à la

FACULTÉ DES SCIENCES DE L'UNIVERSITÉ DE NANCY

pour obtenir le titre de

DOCTEUR INGÉNIEUR

par

Jacques FOCT

Ingénieur Civil des Mines

Première Thèse :

**Etude de la Microdéformation Plastique du Silicium
par Topographies aux Rayons X**

Deuxième Thèse : Proposition donnée par la Faculté

Soutenues le 23 Février 1968, devant la Commission d'Examen

Membres du Jury :

Président : M. J. BOLFA

Examineurs : MM. A. AUTHIER
G. CABANE
G. CHAMPIER



Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41555023_0020

THESES

présentées à la

FACULTÉ DES SCIENCES DE L'UNIVERSITÉ DE NANCY

pour obtenir le titre de

DOCTEUR INGÉNIEUR

par

Jacques FOCT

Ingénieur Civil des Mines

Première Thèse :

Etude de la Microdéformation Plastique du Silicium par Topographies aux Rayons X

Deuxième Thèse : Proposition donnée par la Faculté

Soutenues le 23 Février 1968, devant la Commission d'Examen

Membres du Jury :

Président : M. J. BOLFA

Examineurs : MM. A. AUTHIER

G. CABANE

G. CHAMPIER

THÈSES

présentées à la

FACULTÉ DES SCIENCES DE L'UNIVERSITÉ DE NANCY

pour obtenir le titre de

DOCTEUR INGÉNIEUR

par

Jacques FOCT

Ingénieur Civil des Mines



Première Thèse :

Etude de la Microdéformation Plastique du Silicium
par Topographies aux Rayons X

Deuxième Thèse : Proposition donnée par la Faculté

Soutenue le 23 février 1965 devant la Commission d'examen

Membres du Jury :
M. J. BOUZA
M. A. AUBIER
M. A. KADANE
C. CHARRIER

ANNEE SCOLAIRE 1967 - 1968

Doyen : M. AUBRYAssesseur : M. GAYDoyens honoraires : MM. CORNUBERT - DELSARTE - ROUBAULTProfesseurs honoraires : MM. RAYBAUD - LAFFITTE - LERAY - JULY - LAPORTE - EICHORN - GODEMENT - DUBREUIL - L. SCHWARTZ - DIEUDONNE - DE MALLEMANN - LONGCHAMBON - LETORT - DODE - GAUTHIER - GOUDET - OLMER - CORNUBERT - CHAPELLE - GUERIN - WAHL.Maîtres de conférences honoraires : MM. LIENHART - PIERRET.Professeurs

MM. DELSARTE	Analyse supérieure	MANGENOT	Botanique
ROUBAULT	Géologie	GAYET	Physiologie
CAPELLE	Mécanique rationnelle	HADNI	Physique
VEILLET	Biologie animale	* BASTICK	Chimie
BARRIOL	Chimie théorique	DUCHAUFOUR	Pédologie
BIZETTE	Physique	GARNIER	Agronomie
GUILLIEN	Electronique	NEEL	Chimie organ. industr.
GIBERT	Chimie physique	BERNARD	Géologie appliquée
LEGRAS	Mécanique rationnelle	* CHAMPIER	Physique
BOLFA	Minéralogie	* GAY	Chimie biologique
NICLAUSE	Chimie	STEPHAN	Zoologie
FAIVRE	Physique appliquée	* CONDE	Zoologie
AUBRY	Chimie minérale	* WERNER	Botanique
COPPENS	Radiogéologie	EYMAR	Calcul différentiel et
DUVAL	Chimie	LEVISALLES	Chimie org. intégral
FRUHLING	Physique	Mme HERVE	Méthodes méth. de la
HILLY	Géologie		physique
LE GOFF	Génie chimique	FELDEN	Physique
SUHNER	Physique expérimentale	* GOSSE	Mécanique physique
CHAPON	Chimie biologique	* DAVOINE	Physique (ENSMIM)
HEROLD	Chimie minérale industrielle	HORN	Physique 1er cycle
SCHWARTZ B.	Exploitation minière	* Mme LUMER	Mathématiques
* MALAPRADE	Chimie		
		N...	Chimie biologique
		N...	Mécanique appliquée

(* Professeur titulaire à titre personnel)

Maîtres de Conférences

Mme BASTICK	Chimie P.C. Epinal
MM. GUDEFIN	Physique
ROCCI	Géologie
VUILLAUME	Psychophysiologie
FRENTZ	Biologie animale
MARI	Chimie (I.S.I.N.)
AUROUZE	Géologie
DEVIOT	Physique du Solide
FLECHON	Physique P.C.
Mlle HUET	Mathématiques C.B.G.
VIGNES	Métallurgie
BALESDENT	Thermodynamique chimique appliquée (E.N.S.I.C.)
BLAZY	Minéralogie appliquée (E.N.S.G.)
JANOT	Physique P.C. Epinal
JACQUIN	Pédologie et chimie agricoles
MAINARD	Physique M.P.
CACHAN	Entomologie appliquée (E.N.S.A.)
MARTIN	Chimie P.C.
PAULMIER	Mécanique expérimentale
PROTAS	Minéralogie
JOZEFOWICZ	Physico-chimie
JURAIN	Géologie C.B.G.
RIVAIL	Chimie appliquée (C.U.C.E.S.)
VILLERMAUX	Génie chimique
METCHE	Biochimie appliquée (Brasserie)
PAIR	Mathématiques appliquées
BAUMANN	Physique 1er cycle
DURAND	Physique
GRANGE	Physique (I.S.I.N.)
N...	Mécanique des fluides (I.S.I.N.)
N...	Mécanique (I.S.I.N.)
N...	Probabilités et statistiques
N...	Mathématiques
N...	Mathématiques P.C.
N...	Mathématiques C.B.G.
N...	Physiologie animale
N...	Mathématiques M.P.
N...	Exploitation minière (E.N.S.M.I.M.)

AVANT PROPOS

Cette étude a été conduite au Laboratoire de Physique du Solide de l'Ecole Nationale Supérieure de la Métallurgie et de l'Industrie des Mines de Nancy, sous la direction de Monsieur le Professeur G. CHAMPIER.

Je tiens à adresser des remerciements particuliers à Monsieur le Professeur G. CHAMPIER pour l'aide qu'il m'a fournie et les enseignements que j'ai tirés de mon passage dans son laboratoire.

Monsieur J. BOLFA, Professeur à la Faculté des Sciences de Nancy qui accepte de présider mon Jury, Monsieur G. CABANE, Chef de Service au département de métallurgie du Centre d'Etudes Nucléaires de Saclay qui a suivi mon travail depuis son début, Monsieur A. AUTHIER, Professeur à la Faculté des Sciences de Paris qui m'a très souvent guidé par ses conseils éclairés et bienveillants ont droit à ma sincère et respectueuse gratitude.

Pour leur compétence, leur esprit d'équipe et leur collaboration, je remercie toutes les personnes du laboratoire qui ont aidé à la réalisation de ce travail.

Les discussions intéressantes que Monsieur le Professeur P. HAASEN, de Göttingen, Monsieur le Docteur J.R. PATEL, de la Bell Telephone et leurs collaborateurs ont bien voulu m'accorder m'ont été d'une très grande utilité dans la conception et l'interprétation des expériences.

I N T R O D U C T I O N

Différents facteurs favorisent l'étude de la déformation plastique des cristaux semi-conducteurs à structure cubique du type diamant.

L'observation des dislocations peut être menée par différentes méthodes complémentaires : points d'émergence, décoration, rayons X, balayage de faisceaux d'électrons (CZAJA et PATEL, 1965) et microscopie électronique ; ces méthodes permettent une étude des dislocations dans un grand intervalle de densité, 0 à 10^{10} cm^{-2} .

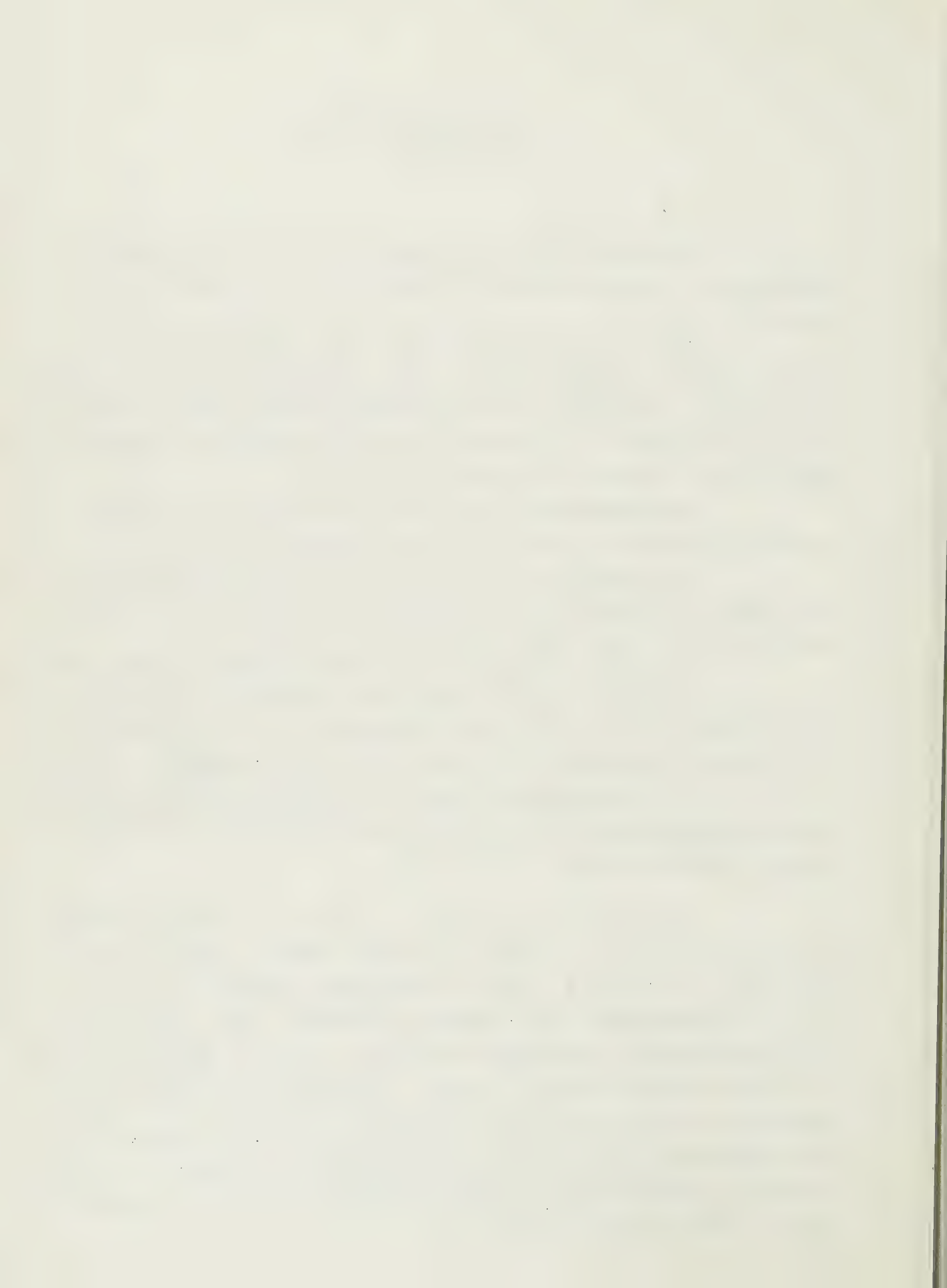
Les développements techniques permettent l'obtention de cristaux très purs et, pour le silicium, sans dislocations.

Les propriétés plastiques de ces matériaux ne se manifestent qu'à haute température et facilitent des manipulations à température ambiante sans risque de perturber le réseau.

Les systèmes de glissement du réseau cubique du type diamant et du réseau cubique à faces centrées sont identiques, $\{111\} \langle 110 \rangle$, comme l'ont prouvé des expériences préliminaires sur le silicium et le germanium (GALLAGHER, 1952 - GRAF et al., 1953 - TREUTING, 1955).

Les propriétés électriques des semi-conducteurs susceptibles d'être modifiées par la déformation plastique (HAASEN, 1966) accroissent l'intérêt pratique de cette étude.

La déformation plastique du silicium est étudiée principalement par deux types d'essais : le fluage (REPPICH, HAASEN et ILSCHNER, 1964) et l'essai à vitesse de déformation constante (GOVORKOV, 1962 - SYLWESTROWICZ, 1962 - PATEL et CHAUDHURI, 1963). Rappelons quelques résultats expérimentaux obtenus à vitesse de déformation constante sur un monocristal de silicium : la courbe contrainte-déformation présente un crochet de traction, les limites élastiques supérieure σ_s et inférieure σ_I sont des fonctions croissantes de la vitesse de déformation et décroissent lorsque la température ou la densité initiale croît. L'importance de l'activation thermique dans les mécanismes de la



déformation du silicium est probablement due au caractère covalent des liaisons interatomiques. La déformation plastique étant liée à un déplacement de dislocations, les propriétés qui intéressent leur mobilité ont été étudiées dans les semi-conducteurs ; théoriquement (HORNSTRA, 1958 - CELLI et al., 1963 - LABUSCH, 1965) et expérimentalement (CHAUDHURI, PATEL et RUBIN, 1962 - DEW HUGHES, 1962 - KABLER, 1963 - CHING et CHENG, 1965 - SUZUKI et KOJIMA, 1966 - SCHAFER, 1967). Expérimentalement, on trouve que la vitesse des dislocations varie en fonction de la contrainte et de la température suivant la loi (HAASEN, 1964) :

$$v = B (\tau_{\text{eff}})^m \exp - \frac{U}{kT} \quad (1)$$

B est un terme de mobilité, τ_{eff} est la cission effective qui fait glisser les dislocations, l'exposant m est pour le silicium voisin de 1,5 et l'énergie d'activation U de 2 eV, m et U sont en première approximation indépendants de la température T ; k est la constante de Boltzmann.

La cission effective introduite par HAASEN (1962) est égale à la cission appliquée τ diminuée d'une cission interne proportionnelle à la racine carrée de la densité N_i des dislocations qui donnent lieu à une interaction avec les dislocations mobiles :

$$\tau_{\text{eff}} = \tau - A\sqrt{N_i} \quad (2)$$

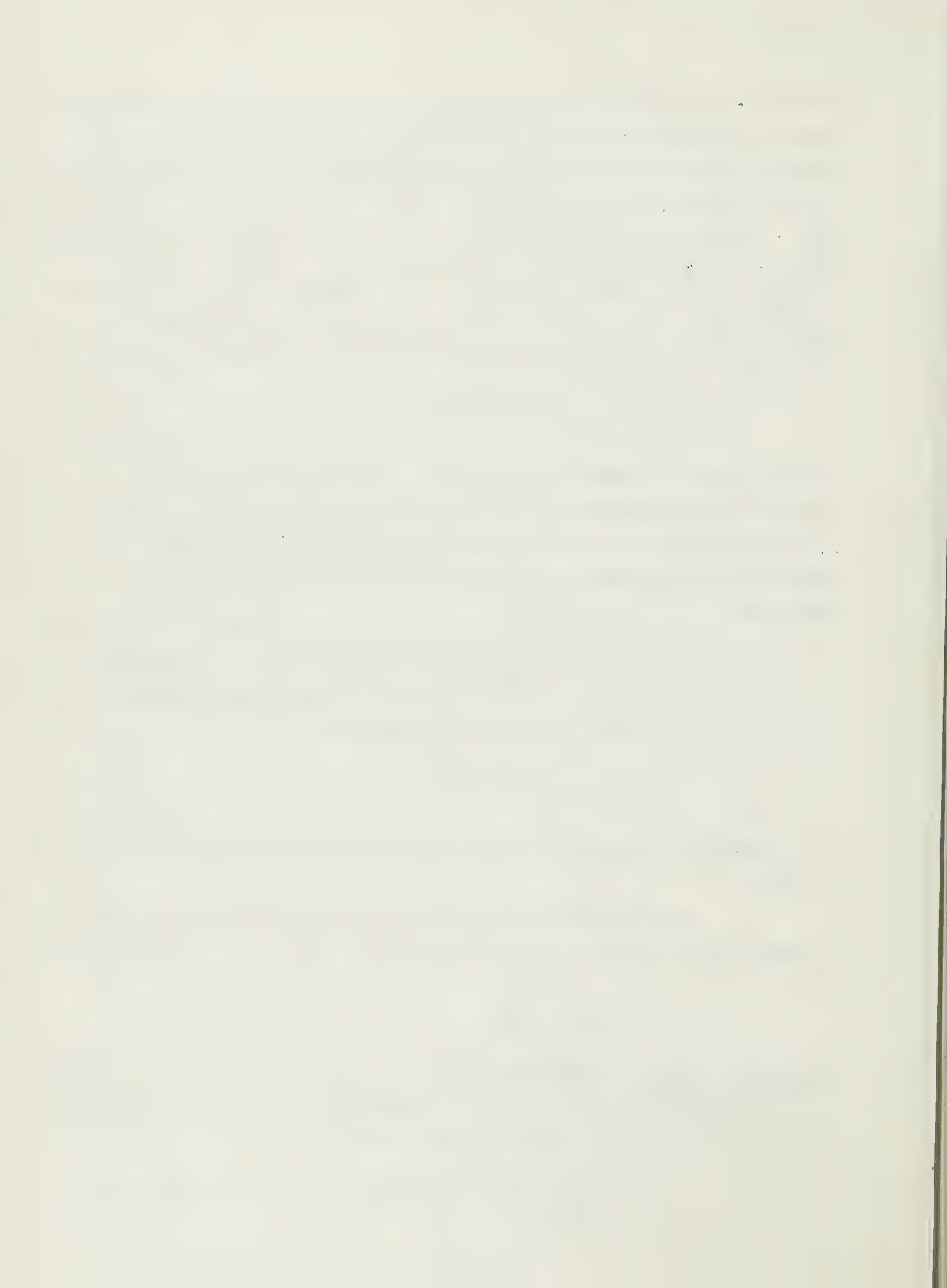
Le coefficient A dépend de la nature et de la répartition de ces dislocations.

Adoptant pour la multiplication des dislocations une loi du même type que celle qui est proposée par JOHNSTON et GILMAN (1959)

$$\dot{N} = K N v \tau_{\text{eff}} \quad K = \text{cte} \quad (3)$$

PELSSKER, HAASEN et ALEXANDER (1962) ont obtenu un bon accord avec leurs expériences de fluage sur InSb. En décomposant la vitesse de déformation de l'éprouvette $\dot{\epsilon}_0$ en une partie plastique $\dot{\epsilon}$ et une partie élastique $\frac{\dot{\tau}}{\mu}$

$$\dot{\epsilon}_0 = \frac{\dot{\tau}}{\mu} + \dot{\epsilon} \quad \mu : \text{module de cisaillement} \quad (4)$$



et en tenant compte de la relation d'OROWAN (1940)

$$\dot{\epsilon} = Nbv \quad b : \text{vecteur de Burgers} \quad (5)$$

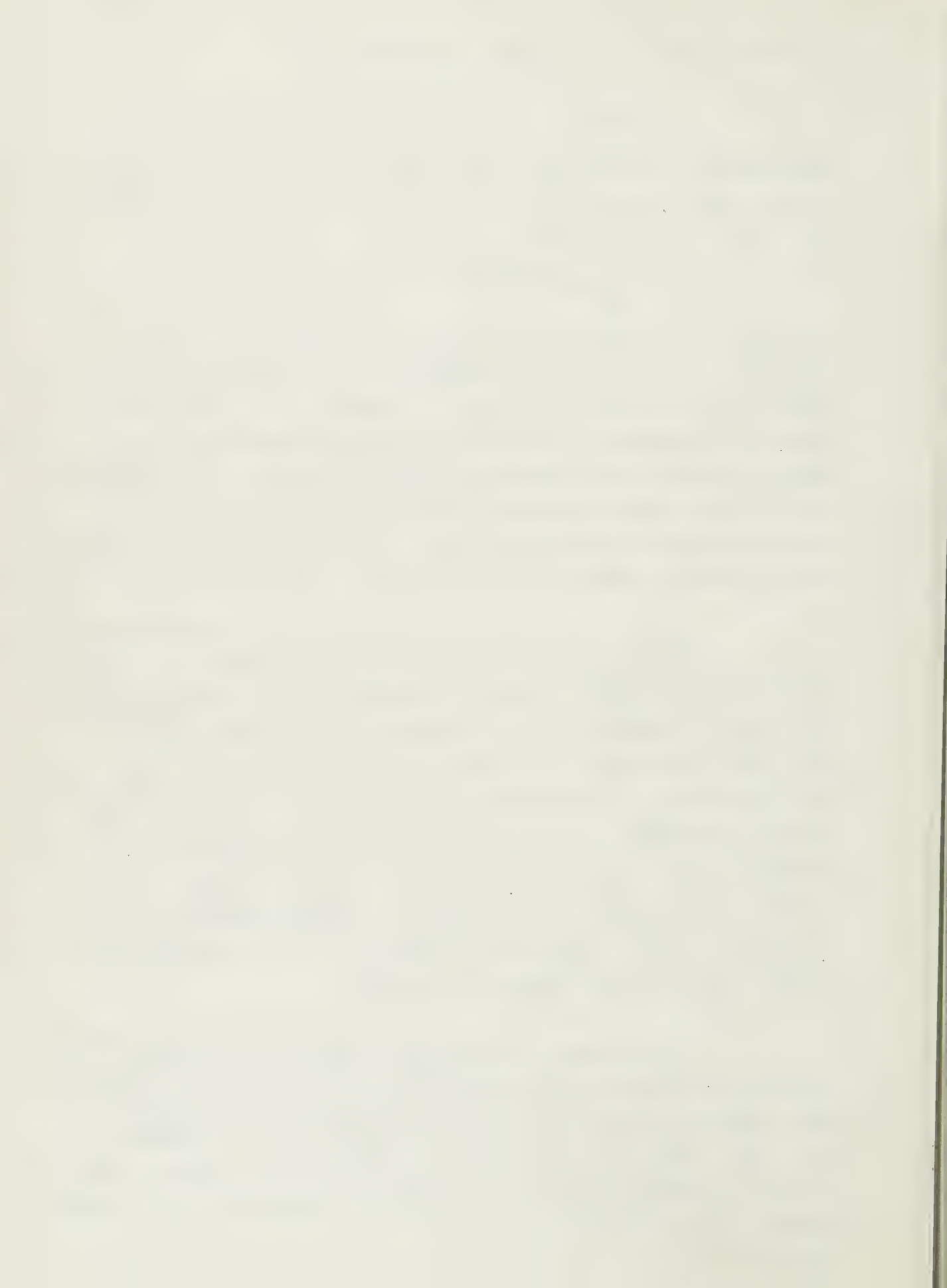
HAASEN (1964) a montré par un calcul approché à partir de (1), (2) et (3) que σ_S et σ_I varient en fonction de la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}_e$ et de la température comme :

$$\left(\dot{\epsilon}_e \exp \frac{U}{kT} \right)^{\frac{1}{m+2}}$$

La validité des différentes hypothèses faites a été testée par des expériences de fluage sur InSb (PEISSKER et al., 1962) sur le silicium (REPPICH et al., 1964) et le germanium (BERNER et al., 1967), par des mesures au voisinage de la limite élastique inférieure dans le cas d'essais dynamiques sur le germanium (SCHROTER et al., 1964 - SCHAFER et al., 1964) et par les calculs de NEUBERT (1967) qui, à partir de courbes de fluage du silicium, a calculé des valeurs de m et U comparables aux valeurs obtenues à partir des mesures expérimentales des vitesses.

Les impuretés ont une influence sur les propriétés mécaniques des semi-conducteurs, le dopage n augmente la mobilité des dislocations dans le germanium (PATEL et CHAUDHURI, 1966) et dans le silicium (PATEL et FREELAND, 1967), la théorie de ce phénomène (FRISCH et PATEL, 1967) repose sur le caractère accepteur des décrochements dont la création et le mouvement sont facilités par l'introduction d'une impureté pentavalente (A_s, P), l'impureté trivalente (B, In, Ga) ayant l'effet contraire. L'état dissous ou précipité d'impuretés tel que l'oxygène (PATEL, 1964) et probablement le carbone, modifie aussi le comportement du silicium : en précipitant l'oxygène crée des centres d'indentation qui en favorisant la multiplication des dislocations abaisseraient la limite élastique supérieure.

La microscopie électronique a permis d'obtenir des informations sur l'arrangement des dislocations au voisinage de la limite élastique inférieure et pour des déformations supérieures (ALEXANDER et al., 1962 - BACCHILEGA et al., 1964 - YAMASHITA, 1964 - GOVORKOV et al., 1966 - ALEXANDER et al., 1967) ; avant la limite élastique supérieure la densité est trop faible pour que la microscopie électronique soit utilisable.



Nous nous sommes proposé d'étudier par topographie de rayons X l'origine et les mécanismes de multiplication des dislocations qui apparaissent au cours de la microdéformation plastique jusqu'à la limite élastique supérieure dans le silicium, la méthode d'observation imaginée par LANG (1957, 1959) s'appliquant particulièrement bien à ce matériau, à condition que l'épaisseur de l'échantillon soit de l'ordre du millimètre et que la densité de dislocations n'excède pas 10^4 cm^{-2} .

D'importants résultats concernant la déformation des semi-conducteurs sont déjà dus à des topographies de rayons X : dans le germanium, croissance de sources de Frank-Read sous l'action d'un gradient thermique (GERLOD et MEIER, 1962) ; et dans le silicium, observation d'une source de Frank-Read à un point d'ancrage dans un cristal déformé par torsion vers 900°C (AUTHIER et LANG, 1964), vitesse des dislocations dans un essai de flexion (SUZUKI et KOJIMA, 1966); activation de sources au voisinage de la surface (FOCT et CHAMPIER, 1966), influence du dopage pentavalent (PATEL et FREELAND, 1967).

Nous avons choisi de déformer des échantillons de silicium monocristallin par traction à vitesse de déformation constante entre 700°C et 1000°C et d'observer l'apparition et le mouvement des dislocations sur des échantillons subissant des tractions interrompues avant la limite élastique supérieure.

Dans la première partie nous exposerons les problèmes et les résultats relatifs à l'essai de traction, la deuxième partie sera consacrée à l'obtention et à l'exploitation des topographies de rayons X.

P R E M I E R E P A R T I E

L'ESSAI DE TRACTION

1 - L'ESSAI DE TRACTION.

Après avoir indiqué la nature du silicium utilisé, la géométrie des éprouvettes imposée par les conditions d'emploi de la méthode de Lang et les conditions expérimentales de traction, nous décrirons la machine de traction que nous avons construite. La suite et la fin de cette première partie seront consacrées à l'exposé des résultats expérimentaux de la traction et à leur discussion.

1.1 - Les éprouvettes.1.1.1 - Le matériau.

Nous avons utilisé deux séries d'éprouvettes découpées dans deux barreaux d'origine différente C et L.

Les échantillons de la série C ont été découpés dans un cristal de silicium obtenu par la méthode de Czochralski avec un creuset de silice. La quantité d'oxygène contenue dans ces échantillons a été mesurée par absorption d'un rayonnement infra-rouge de longueur d'onde $9\text{ }\mu$; elle est égale à 10^{18} atomes par centimètre cube, valeur voisine de la moitié de la limite de solubilité ; ce silicium est du type p car il contient 10^{13} atomes d'indium par centimètre cube.

Un nouveau procédé, dit Lopex (Low-Oxygen-Purification) permet d'obtenir des monocristaux de silicium dont la concentration en oxygène est environ cent fois plus faible que dans la méthode habituelle de tirage ; ce résultat est obtenu en évitant l'utilisation de creuset. Un cristal Lopex contenant $5 \cdot 10^{16}$ atomes d'oxygène par cm^3 et $6 \cdot 10^{13}$ at/cm³ de phosphore nous a fourni une autre série d'éprouvet-



tes : L.

Dans les deux cristaux on estime que la concentration atomique de carbone est, du fait des procédés d'élaboration, au moins aussi forte que la concentration en oxygène.

Les résistivités des cristaux C et L sont respectivement $150 \Omega \text{ cm}$ et $40 \Omega \text{ cm}$. La densité des dislocations mesurée sur des topographies de rayons X obtenues par méthode de Lang est de l'ordre de $20/\text{cm}^2$ et $0/\text{cm}^2$ pour les cristaux C et L.

Pour les deux barreaux, l'axe de croissance est parallèle à la direction $[111]$.

1.1.2 - Préparation et caractéristiques des éprouvettes.

Les éprouvettes sont découpées par ultra-sons dans des disques taillés à la scie diamantée dans les barreaux monocristallins normalement à l'axe de croissance. La forme et les dimensions des éprouvettes obtenues sont indiquées par la figure 1 ; l'épaisseur est comprise entre 800μ et 1000μ . Les éprouvettes sont polies mécaniquement sur alumine de granulométrie 2μ en bain aqueux : toute trace optique de rayure est ainsi éliminée. Le polissage chimique destiné à éliminer toutes les traces des différents traitements mécaniques est effectué à température ambiante dans une solution iodée dérivée du CP4 (Acides fluorhydrique : 17%, nitrique : 32,5%, acétique iodé : 50,5% pendant l'attaque chimique la solution est agitée. On vérifie l'efficacité du polissage chimique en effectuant des topographies de Lang ; fréquemment ces topographies présentent des zones perturbées au voisinage des bords de l'éprouvette où le découpage par ultra-sons a sévèrement endommagé le cristal. Il est alors nécessaire de renouveler le polissage chimique de ces régions. Les polissages chimiques perturbent fortement la géométrie des éprouvettes, malgré les précautions que l'on peut prendre en protégeant de l'attaque chimique les régions où un nouveau polissage n'est plus souhaitable. L'épaisseur finale des éprouvettes est comprise entre 650μ et 800μ .

L'axe des éprouvettes $[21\bar{3}]$ est choisi de façon à ne favoriser qu'un système de glissement : $(\bar{1}11) [01\bar{1}]$. Le facteur de Schmid du système primaire s est égal à 0,467, en raison des incertitudes dans les orientations ($1^\circ 30'$). L'erreur absolue sur s est de 0,025.

Les valeurs du facteur de Schmid pour les autres systèmes de glissement sont rapportées dans le tableau I :

TABLEAU I

Valeurs du facteur de Schmid pour les différents systèmes de glissement

Direction de glissement Plan de glissement	$[01\bar{1}]$	$[110]$	$[101]$	$[10\bar{1}]$	$[011]$	$[1\bar{1}0]$
$(\bar{1}11)$	0,467	0,350	0,116			
$(1\bar{1}1)$		0,175		0,291	0,116	
$(11\bar{1})$			0,175		0,350	0,175
(111)		0	0		0	

Le module d'Young $E_{[123]}$ des éprouvettes est donné en fonction des modules élastiques S_{kl} par la formule :

$$E_{[123]}^{-1} = S_{11} - 2 \left(S_{11} - S_{12} - \frac{1}{2} S_{44} \right) (\alpha^2 \beta^2 + \beta^2 \gamma^2 + \gamma^2 \alpha^2)$$

α, β, γ étant les cosinus directeurs de la direction $[123]$.

En adoptant les valeurs numériques utilisées par WORTMAN et EVANS (1965) :

$$S_{11} = 0,768 \cdot 10^{12} \text{ cm}^2/\text{dyn} \quad S_{12} = -0,214 \cdot 10^{12} \text{ cm}^2/\text{dyn} \quad S_{44} = 1,26 \cdot 10^{12} \text{ cm}^2/\text{dyn}$$

nous obtenons :

$$E_{123} = 1,7 \cdot 10^4 \text{ Kg/mm}^2$$

1.2 - La machine de traction.

1.2.1 - Sa dureté.

La machine de traction a été construite dans le but précis de déformer des éprouvettes de silicium, fragiles à température ambiante, dans un domaine de température compris entre 700°C et 1000°C à une vitesse de déformation constante.

Examinons à quelles conditions doit satisfaire une machine à vitesse de déformation constante lorsque le matériau à étudier présente un crochet de traction. Il semble évident, à priori, que l'on ait intérêt à ce que la déformation propre de la machine soit petite devant la déformation de l'éprouvette ; ceci est réalisé si la dureté de la machine est grande. On rend compte de la dureté par un coefficient K' mesuré par la dérivée de la force appliquée F par rapport à la déformation propre de la machine ℓ_m :

$$K' = \frac{dF}{d\ell_m}$$

Si la machine est parfaitement élastique, K' est une constante. Nous mesurons la dureté de la machine en remplaçant les deux mors par une tige pratiquement indéformable reliant les deux parties de la machine mobile et fixe entre elles : "la machine tire sur elle-même", la courbe présente un départ "mou" et dans la partie linéaire le coefficient K' est égal à 10^3 kg/mm (Fig. 2). Le départ "mou" de la courbe s'explique par le fait que certaines liaisons entre des pièces mécaniques de la "chaîne de traction" (§ 1.2.2) ne sont pas sous une précontrainte suffisante comme celles qui existent, par exemple, dans un filetage serré à force. Le départ mou de la machine est cependant pallié pour les essais sur les éprouvettes de silicium : en effet, les pièces mobiles sont, dans ce cas, soumises à leur poids (7kg) qui élimine le départ mou.

Soient ℓ la longueur de l'éprouvette étudiée, $\dot{\ell}_p$ la vitesse d'entraînement maintenue constante au cours de l'essai, la vitesse de déformation de l'éprouvette est égale à :

$$\dot{\ell}_d = \dot{\ell} - \frac{1}{K'} \frac{dF}{dt}$$

La formule précédente montre que dans le cas d'une déformation plastique $\frac{dF}{dt}$ n'étant pas constante, la vitesse de déplacement des mors est d'autant plus affectée que K' est petit. Dans le cas où le matériau présente un crochet de traction, la dérivée $\frac{dF}{dt}$ initialement positive s'annule et change de signe lorsque l'on passe le crochet de traction : la vitesse de déformation de l'éprouvette est d'abord inférieure à $\dot{\ell}$, égale à $\dot{\ell}$ au crochet et supérieure ensuite. Il y a d'abord accumulation d'énergie élastique dans la machine et libération de cette énergie

lorsque $\frac{dF}{dt}$ est négative, ce qui perturbe le phénomène étudié.

Ecrivons la relation précédente sous une forme légèrement différente de façon à faire apparaître un coefficient sans dimension :

$$\dot{a}_{ep} = \dot{a} - \frac{SE}{K' \ell} \frac{\dot{\sigma}}{E}$$

Cette relation nous fournit une condition de similitude. En effet, pour que des essais sur des éprouvettes de silicium à $\dot{a} = \text{cte}$ soient effectués à la même vitesse de déformation, il faut que $\frac{SE}{K' \ell}$ soit constant, si l'on opère sur la même machine il faut que le rapport $\frac{\ell}{S}$ soit conservé pour les éprouvettes.

Le coefficient sans dimension $\frac{SE}{\ell K'}$ représente, en outre, dans le domaine élastique, le rapport de l'allongement de la machine à l'allongement de l'échantillon. C'est aussi le rapport des variations d'énergie élastique de la machine et de l'éprouvette. Si l'équation (4) traduit la réalité, c'est-à-dire si dans le domaine plastique la vitesse de déformation est effectivement la somme des vitesses de déformations plastique et élastique, le rapport $\frac{SE}{\ell K'}$ conserve la signification qu'il a dans le domaine élastique.

Dans le cas de nos éprouvettes, nous avons, en fonction du rapport $\frac{\ell}{S}$ et de $E_{[23]}$, essayé de rendre K' aussi grand que possible. La valeur du rapport $\frac{SE}{\ell K'}$ est de l'ordre de 3 ; il semble que ce rapport ait des valeurs semblables dans les autres expériences.

W.G. JOHNSTON (1962) a calculé l'influence de la dureté de la machine sur des corps présentant un crochet de traction lié à la vitesse des dislocations. Avant la limite élastique supérieure, une réduction de la dureté de la machine équivaut à une réduction de la vitesse de déformation, ce qui abaisse la limite élastique. Une variation de 10% de K' résultant d'un accroissement de $\pm 10\%$ sur S entraîne une variation voisine de 2% sur σ_S si σ_S varie comme $(\dot{a}_{ep})^{1/3}$ et $\frac{SE}{\ell K'} \sim 3$.

1.2.2 - Réalisation générale du dispositif de traction.

La figure 3 présente l'allure générale du dispositif : la machine de traction et ses accessoires (dispositif d'extensométrie, dispositif de chauffage et de contrôle de la température, système de mise sous vide et sous atmosphère).

La machine est constituée par un bâti très rigide formé de 4 colonnes de gros diamètre (8cm) reliant deux plateaux (supérieur PS et inférieur PI), le tout repose sur 4 amortisseurs.

La liaison entre les centres des plateaux supérieur et inférieur constitue ce que nous appellerons la "chaîne de traction" dont les mors M sont les pièces essentielles.

Pour éviter des déformations importantes à haute température et pour assurer un contact sans collage avec l'échantillon semi-conducteur, les mors sont en molybdène (PATEL et al., 1963 - ABRAHAMS, 1964). Le guidage des mors dans leur mouvement relatif est assuré par deux tiges cylindriques de molybdène de 50mm de long et 8mm de diamètre. La figure 1 donne les dimensions des mors. Le logement de l'éprouvette doit être particulièrement soigné de façon à éviter au maximum la flexion de l'éprouvette. L'observation à la loupe permet de vérifier que le contact échantillon-mors ne présente pas de défauts majeurs.

Le mors inférieur est rendu solidaire du socle PI par une tige cylindrique de 60cm. Le mors supérieur mobile est relié à une tige mobile se déplaçant verticalement. Les tiges sont en alliage réfractaire (PER 2U, Aubert et Duval) ayant une bonne tenue mécanique jusque vers 1200°C. Le diamètre des tiges, 30mm, leur évite une déformation importante à haute température.

La tige supérieure est rendue mobile par la translation d'une vis VE dite "vis d'entraînement" fixe en rotation, elle-même entraînée par un écrou mobile en rotation s'appuyant sur le bâti supérieur par l'intermédiaire d'une butée à bille. Le diamètre de la vis d'entraînement est de 30mm, son filetage est réalisé avec un soin particulier. Le pas est de 1mm, l'incertitude relative sur la translation est inférieure à 1% et cette erreur est minimisée par l'emploi d'un écrou en bronze dont la hauteur filetée est importante (50mm).

La rotation de l'écrou est assurée par un moteur synchrone (Mt) à ferrite SAPMI à deux sens de marche, équipé de réducteurs. La liaison est assurée par des engrenages droits interchangeable et les vitesses disponibles sont : 8,5 ; 12,5 ; 34 ; 50 ; 125 ; 250 ; 500 et 1000 $\mu\text{m.mn}^{-1}$.

Le déplacement de la vis d'entraînement est mesuré par un comparateur Mercer (C) de 5mm de course et sensible à 2 microns ; on a vérifié que la vitesse d'entraînement demeure constante pour des charges comprises entre 0 et 50 kg.

La vitesse de déplacement de la vis est constante : $\dot{a} \ell$, ℓ étant la longueur de l'éprouvette.

Pour éviter toute flexion de la chaîne de traction, on a inséré dans l'assemblage, après la vis d'entraînement, un cardan (CR) constitué par un roulement à deux rangées de billes. Entre le cardan et la tige supérieure, la cellule de mesure des forces (CF).

1.2.3 - La mesure des forces.

Le choix du dispositif de mesure des forces obéit aux impératifs classiques de fidélité, sensibilité, absence de dérive, facilité de mise en oeuvre... il doit, en outre, ne pas perturber l'essai.

La mesure de la force se ramenant à la mesure de l'allongement d'une cellule qui lui est proportionnel, il s'agit donc d'utiliser un dispositif de mesure d'allongement aussi sensible que possible de façon à ne pas diminuer la dureté de la machine. Nous avons choisi d'utiliser un dispositif à jauges de contraintes.

Le principe des jauges de contraintes réside dans la linéarité de la relation entre la variation relative de résistance $\frac{dR}{R}$ d'un conducteur métallique linéaire et sa variation relative de longueur $\frac{d\lambda}{\lambda}$:

$$\frac{dR}{R} = \left[(1+2\nu') + C(1-2\nu') \right] \frac{d\lambda}{\lambda}$$

ν' est le coefficient de Poisson du matériau et C sa constante de Bridgmann reliant la variation relative de résistivité à la variation relative de volume. On pose $\varphi = 1+2\nu'+C(1-2\nu')$, φ est appelé le facteur de sensibilité de la jauge, ou facteur de jauge. Pour les conducteurs métalliques usuels, ce facteur est voisin de 2, il est pratiquement constant dans le domaine d'allongement élastique de la jauge.

La cellule de mesure est constituée par un pont de 4 jauges résistances de résistances R_1, R_2, R_3, R_4 voisines de R, collé sur un support élastique en bronze au béryllium choisi pour ses qualités d'élasticité et de conductibilité thermique (ZELBSTEIN, 1956). La forme du support élastique voisine de celle d'une éprouvette de traction cylindrique est choisie de façon à ce que la répartition des contraintes soit simple : sa longueur Λ_0 est égale à 10 fois son diamètre d_0 . Les jauges sont collées de façon à ce que la variation d'allongement de R_1



et R_3 soit proportionnelle à $\frac{d\Lambda_0}{\Lambda_0}$ et celle de R_2 et R_4 à $\nu'' \frac{d\Lambda_0}{\Lambda_0}$, ν'' étant le coefficient de Poisson du bronze au béryllium, E' son module d'Young.

$$\frac{dR_1}{R_1} = \frac{dR_3}{R_3} = \varphi \frac{d\Lambda_0}{\Lambda_0} \quad \frac{dR_2}{R_2} = \frac{dR_4}{R_4} = -\nu'' \varphi \frac{d\Lambda_0}{\Lambda_0}$$

Le pont est alimenté par une tension continue V et le branchement est effectué de façon à ce que les variations relatives de résistance dues à leur déformation s'ajoutent dans le déséquilibre du pont. Le courant i de déséquilibre du pont est alors donné par la formule :

$$i = \frac{V}{4} \frac{1}{R+\rho} \left(\frac{dR_1}{R_1} + \frac{dR_3}{R_3} - \frac{dR_2}{R_2} - \frac{dR_4}{R_4} \right)$$

ρ étant la résistance du galvanomètre permettant de mesurer le déséquilibre. Le pont est supposé équilibré par un dispositif de prééquilibrage permettant d'annuler les effets des écarts de R_1 R_2 R_3 R_4 par rapport à R lorsque la cellule est au repos. La formule précédente montre que le dispositif en pont permet d'éliminer l'effet des variations relatives de résistance dû aux variations de température, ces variations se répartissant également sur les quatre jauges. En rapportant les variations relatives de résistance à la force appliquée, nous avons :

$$i = V \frac{1}{R+\rho} 2(1+\nu'') \frac{\varphi}{E'} \frac{F}{\Lambda_0^2}$$

En tolérant une diminution de dureté due à la cellule de mesure de force correspondant à $1\mu\text{m}$ par 5kg , un calcul d'optimisation sur la sensibilité du dispositif en fonction des jauges offertes sur le marché, de la puissance maxima qu'elles peuvent dissiper, des différents types de galvanomètres, de leur résistance interne et de leur amortissement nous a permis de choisir :

- le type de jauge : Budd C9 121 $R = 120\Omega$
- les dimensions du dynamomètre : $d_0 = 6\text{mm}$ $\Lambda_0 = 60\text{mm}$
- le galvanomètre enregistreur : SEFRAM GRVAT
 $\rho = 25\Omega$, sensibilité maximum pour toute l'échelle
 $2,5\mu\text{A}$, résistance externe souhaitable $\sim 200\Omega$
- Tension d'alimentation : continue, 4V
- Le dispositif de prééquilibrage : pont d'extensiométrie
A.O.I.P. B21R

Finalement il est possible d'apprécier une variation de force de 100gf, ce qui correspond à un déplacement de 1mm du spot. Le dispositif présente en outre une grande stabilité ; la dérive totale est inférieure à 100gf par heure, la linéarité de la réponse est vérifiée à 1% près entre 0 et 30 Kg ; nous n'avons pas décelé de dérive thermique lorsque la température ambiante varie entre 18° et 20°C.

1.2.4 - Le dispositif de chauffage et de contrôle de la température.

Le four est constitué par un élément Johnson-Matthey 1/2 K 44B à enroulements de platine comportant deux thermocouples de platine-platine rhodié à 10%. Un de ces thermocouples est relié à un dispositif d'alimentation régulée composée d'un pyrectron et d'un autotransformateur. Un tube laboratoire en mullite permet d'effectuer les essais de traction sous vide ou sous argon. L'étanchéité du tube laboratoire est assurée par une tête à joints toriques vers le bas et par une tête à joint soufflet en caoutchouc dans le fonctionnement sous argon ou une tête à joint à lèvres dans le fonctionnement sous vide. Ces dispositifs sont destinés à ne pas perturber la mesure des forces. La déformation du joint soufflet ne nécessite pratiquement aucun effort, le frottement de la tige sur les joints à lèvres est, dans le cas des essais sous vide, de quelques centaines de grammes. Les têtes du tube laboratoire et les parois externes du four sont refroidies par des serpentins d'eau destinés à éviter tout rayonnement.

Un thermocouple platine-platine rhodié à 10% est placé dans une rainure pratiquée dans les mors et permet une mesure de la température à moins d'un centimètre de l'éprouvette de silicium. Pendant un essai de traction, la température est stable au degré près.

La température des essais que nous avons effectués est atteinte à partir de 1h30 à 2 heures et le refroidissement de la température de l'essai à environ 300°C s'effectue en 45 minutes. Le maintien de l'échantillon à la température de l'essai de traction s'étend en moyenne sur 40 minutes. L'essai proprement dit dure quelques minutes (environ 3 minutes pour atteindre la limite élastique inférieure). La durée du palier est utilisée pour rattraper et retrouver les jeux entre les mors et l'éprouvette.

1.3 - Les résultats de la traction.

1.3.1 - Description de l'essai : la courbe enregistrée.

La fragilité du silicium à température ambiante nous oblige à placer l'échantillon dans les mors sans serrage, comme l'indique la figure 1. Pour éviter un dispositif d'asservissement de l'entraînement sur la force, un jeu de 2mm est conservé entre l'éprouvette et le mors inférieur de façon à ce que la contraction des pièces mécaniques de la chaîne de traction lors du refroidissement n'exerce pas sur l'éprouvette des forces produisant sa rupture.

L'éprouvette se place donc dans les mors sous l'action de son propre poids. Pour éviter tout frottement de l'éprouvette contre les mors, on a placé les épaules supérieures entre deux cales planes de molybdène parallèles aux faces. On peut donc considérer qu'en dehors de l'essai de traction proprement dit, l'éprouvette n'est soumise à aucune contrainte.

Une fois effectué le rattrapage des jeux, la courbe enregistrée donnant la variation de la force en fonction du temps a l'allure de celle qui est présentée sur la figure 4 concernant un essai à 864° C sur l'éprouvette LI à la vitesse d'entraînement à $\dot{\ell} = 125 \mu/\text{mm}$.

La courbe présente un crochet de traction. La limite élastique supérieure est atteinte pour une force F_S , la limite inférieure pour F_I .

Lors d'un essai interrompu sur un échantillon destiné à être observé en méthode de Lang, l'essai est arrêté entre 0 et F_S et le retour à un état sans contrainte de l'éprouvette s'effectue avec une vitesse d'entraînement égale à celle qui a été utilisée pendant la mise en charge.

1.3.2 - Caractéristiques de la courbe enregistrée.

Le départ de la courbe $F(t)$ est tangent à l'axe des temps, de 0 à t la courbe a une allure parabolique, la force n'est pas une fonction linéaire du déplacement de la vis d'entraînement à $\dot{\ell} t$. Ce départ mou de la courbe est attribué à la mise en place de l'échantillon dans les mors.

Entre t_1 et t_2 la courbe $F(t)$ présente une partie linéaire très nette qui correspond à une déformation que l'on peut considérer du point de vue macroscopique comme élastique. Si l'on suppose que seules la machine et la partie utile de l'éprouvette de longueur ℓ se déforment, l'expression $(\dot{\Delta} t - \frac{\Delta F}{K' \ell})$ représentant alors la déformation de la partie utile de l'éprouvette, $\Delta t = t_2 - t_1$, $\Delta F = F(t_2) - F(t_1)$, l'expression $E_C = \frac{1}{\dot{\Delta} t - \frac{\Delta F}{K' \ell}} \frac{\Delta F}{S}$ devrait fournir le module d'Young E de l'échantillon. E_C est en réalité compris entre $\frac{E}{37}$ et $\frac{E}{10}$. Il y a donc d'importantes déformations parasites dans les épaulements de l'éprouvette et au contact échantillon-mors. La figure 5 montre l'importance de ces déformations parasites. La courbe 1 représente la variation de la force en fonction de l'allongement de la partie utile de l'éprouvette, la courbe 2 représente la courbe d'élasticité de la machine, la courbe 3 la variation de la force en fonction de l'allongement de la partie utile de l'éprouvette augmentée de l'allongement de la machine. La courbe 4 est la courbe enregistrée. La différence entre les abscisses des points de même ordonnée sur les courbes 3 et 4 représente la déformation parasite $\Delta \ell_p$. On voit que dans la partie rectiligne de la courbe $F(t)$ la déformation parasite est une fonction linéaire de F , donc de nature élastique en première approximation.

1.3.3 - Définition de la vitesse de déformation effective.

La déformation de la partie utile de l'éprouvette n'est pas égale au déplacement des mors. Nous nous proposons de définir à l'aide de la courbe enregistrée une vitesse de déformation effective. En considérant que pour les faibles charges avant la limite élastique la déformation de l'éprouvette est élastique, nous définissons la vitesse de déformation effective $\dot{\epsilon}_{eff}$ par :

$$\dot{\epsilon}_{eff} = \frac{d}{dt} \left(\frac{d \ell}{\ell} \right) = \frac{1}{E} \frac{1}{S} \frac{dF}{dt}$$

Seul est intéressant le rapport de l'allongement de la partie utile de l'éprouvette au déplacement imposé par la machine lorsque les déformations considérées varient linéairement avec la contrainte, les valeurs du rapport $\frac{\dot{\epsilon}_{eff}}{\dot{\epsilon}}$ sont rapportées au tableau II.

Pour la partie linéaire de la courbe $F(t)$, $\dot{a}_{\text{eff}}$ est constant. La valeur $\dot{a}_{\text{eff}}$ est de 13 à 40 fois plus petite que $\dot{a}$.

Remarquons que la vitesse de déformation effective que nous définissons ne dépend pas de la longueur de la partie utile de l'éprouvette. Nous avons considéré, au départ, que cette partie utile était limitée par les congés aux épaules de l'éprouvette mais pour éliminer le voisinage des congés où le champ de contraintes est triaxial, on peut réduire la partie utile à une longueur $\ell' < \ell$. Ceci a un intérêt dans le cas des éprouvettes que nous étudions où la variation de section au congé est assez brutale et où les épaules planes sont le siège de déformations complexes.

1.3.4 - Les courbes de traction obtenues.

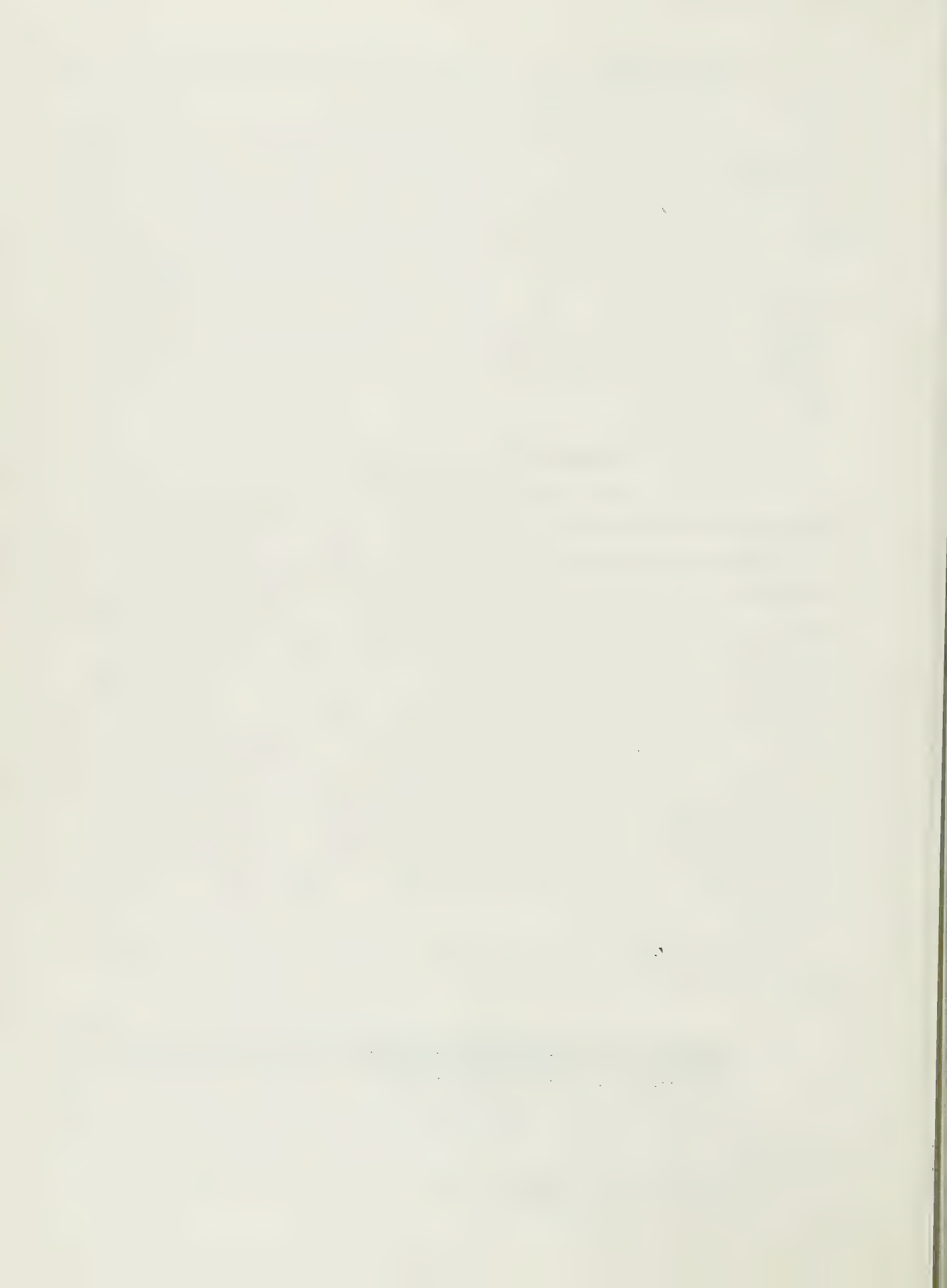
Les courbes enregistrées $F(t)$ représentent, à une homothétie près de rapport $\frac{1}{S}$, la variation de la contrainte nominale σ en fonction du temps. L'intervalle de déformation plastique étant restreint ($\epsilon < 5\%$) on peut assimiler la contrainte σ à la contrainte vraie. La difficulté et même l'impossibilité d'évaluer les déformations parasites évoquées précédemment nous interdit de représenter, sans effectuer des hypothèses hasardeuses, la variation de σ en fonction de l'allongement de l'éprouvette et, par suite, de τ contrainte résolue dans le plan de glissement primaire en fonction du cisaillement dans la direction de glissement. Les résultats que nous retiendrons sur un essai de traction sont, en plus, des conditions de l'essai ($T, \dot{a}$) les valeurs des contraintes aux limites élastiques σ_S et σ_I et la valeur de $\dot{a}_{\text{eff}}$. Ce sont les données directes objectives des essais de traction.

Le tableau II fournit les résultats des tractions effectuées sur les échantillons : L IX, L X, L I, L II, L VI et L VII.

1.4 - Discussion des résultats obtenus par traction : Reproductibilité des limites élastiques.

Les résultats rassemblés dans le tableau II appellent deux remarques :

1) $\dot{a}_{\text{eff}}$ n'est pas constant pour deux essais réalisés dans les mêmes conditions expérimentales.



2) Il y a une dispersion des limites élastiques mesurées.

Les causes des différences observées dans les valeurs de $\dot{a}_{eff}$ viennent de ce que des conditions rigoureusement identiques de contact échantillon-mors ne sont pas réalisées pour deux essais de traction apparemment identiques. Il y a toujours une petite désorientation entre deux éprouvettes ($1^{\circ}30'$), une incertitude sur la section (5%) et surtout dans la forme même des épaules dont la perfection initiale déjà relative est modifiée de façon pratiquement incontrôlable par une attaque chimique. La différence entre $\dot{a}$ et $\dot{a}_{eff}$ considérée ici est, bien entendu, la même que la différence entre le module d'Young mesuré sur la courbe E_{eff} et le module d'Young vrai E ; SCHROTER, ALEXANDER, HAASEN (1964) ont remarqué que E et E_{eff} étaient dans un rapport 20.

La dispersion des valeurs de $\dot{a}_{eff}$ peut être masquée si l'on étudie un grand domaine de déformation et si, pour cela, on réduit l'échelle des abscisses (temps ou déformation). En effet, l'angle de la partie linéaire de la courbe avec l'axe des abscisses varie comme la fonction Arc tangente, donc assez peu pour des angles grands.

Le manque de reproductibilité des limites élastiques a déjà été observé dans la déformation de matériaux qui présentent un crochet de traction : le fluorure de lithium (JOHNSTON et GILMAN, 1959) le germanium (BELL et BONFIELD, 1962 - SCHAFER, ALEXANDER et HAASEN, 1964), le silicium (PATEL et CHAUDHURI, 1963). Même si cette dispersion n'est pas explicitement mentionnée, l'étude des points expérimentaux où l'on s'attache surtout à la valeur des logarithmes de la contrainte à la limite élastique montre fréquemment des différences de l'ordre de 30%.

Nous évaluons la dispersion par le rapport de la demi différence des valeurs extrêmes à la moyenne :

$$\frac{|\sigma_S - \sigma'_S|}{\sigma_S + \sigma'_S} \quad \text{et} \quad \frac{|\sigma_I - \sigma'_I|}{\sigma_I + \sigma'_I}$$

relatifs à la limite supérieure et à la limite inférieure. σ se rapporte à l'une des expériences, σ' à l'autre.

La dispersion des valeurs de σ aux limites élastiques résulte d'une différence dans les conditions expérimentales qui ne sont jamais parfaitement reproduites. S'il est assez facile d'opérer à des

vitesse d'entraînement à $\dot{\epsilon}$ et à des températures bien déterminées, on contrôle moins bien le contenu en dislocations actives, les défauts de forme ou de surface qui peuvent agir comme sources de dislocations (rayures, congés), de plus tous les facteurs qui modifient $\dot{\epsilon}_{eff}$ affectent les limites élastiques.

Montrons que la dispersion des limites élastiques et la dispersion des valeurs de $\dot{\epsilon}_{eff}$ sont très fortement liées. Expérimentalement il est parfaitement bien établi qu'une diminution de la vitesse d'entraînement de la machine abaisse les limites élastiques, les contraintes aux limites élastiques varient comme une puissance de la vitesse de déformation et l'on vérifie généralement que σ_S et σ_I varient comme à $^{1/3}$ (HAASEN, 1964). Dans ce cas, si nous assimilons la vitesse de déformation à $\dot{\epsilon}_{eff}$, une variation du simple au double de $\dot{\epsilon}_{eff}$ entraîne une variation de près de 30% sur les valeurs des contraintes, ce qui correspond bien aux variations expérimentales observées.

On remarque que les valeurs des contraintes à la limite élastique inférieure sont moins dispersées qu'à la limite élastique supérieure. Si, comme le laissent prévoir la théorie de Haasen et certains résultats expérimentaux, la loi de variation de la contrainte en fonction de la vitesse de déformation est la même pour la limite élastique supérieure et pour la limite élastique inférieure, la vitesse $\dot{\epsilon}_{eff}$ calculée dans la partie élastique de la courbe représente $\frac{1}{\epsilon} \frac{d\epsilon}{dt}$ beaucoup moins bien au voisinage de σ_I que de σ_S .

Le début de la déformation plastique est fortement perturbé par la mise en place de l'éprouvette dans les mors. Cette mise en place exige que l'on atteigne une certaine contrainte et cette condition une fois réalisée, les vitesses de déformation $\frac{1}{\epsilon} \frac{d\epsilon}{dt}$ sont moins différentes d'un échantillon à l'autre et par là même les limites élastiques.

Cette hypothèse expliquerait certains résultats de SCHAFER et al. où l'on a remarqué une moins grande dispersion des limites élastiques aux grandes vitesses de déformation pour lesquelles des contraintes importantes et par là même la mise en place des échantillons sont rapidement atteintes.

La mise en place de l'échantillon se fait donc par des déformations non réversibles ayant une composante plastique et une composante élastique, en négligeant la composante plastique dans la partie linéaire de la courbe $F(t)$. On obtient une vitesse de déformation efficace qui représente assez bien la vitesse de déformation

réelle. Il semble hasardeux d'attribuer uniquement la différence entre $\dot{a}$ et $\frac{1}{2} \frac{d\dot{a}}{dt}$ à une déformation élastique.

La perfection géométrique des éprouvettes conditionne fortement les résultats obtenus sur les limites élastiques. Il serait souhaitable de disposer d'éprouvettes de forme très simple de façon à ce que les surfaces de contact "échantillon-mors" et les géométries soient aussi reproductibles que possible. Ceci semble réalisé pour des éprouvettes en forme de parallélépipède rectangle (SCHAFER et al.) mais reste difficile à réaliser sur des éprouvettes minces destinées à des observations par topographie de rayons X en transmission.

TABLEAU II

crystal	T	S mm ²	σ_s kg/mm ²	τ_s kg/mm ²	$10^4 \dot{a}_{eff}$	$10^3 \frac{\dot{a}_{eff}}{\dot{a}}$	σ_r kg/mm ²	τ_r kg/mm ²	Dispersion σ_s	Dispersion σ_r
L X	800°C	1,75	11	5,15	7,05	7,35	4,5	2,11	14,5%	4,5%
L IX	800°C	1,5	8,2	3,84	5	5,2	3,9	1,85		
L I	864°C	2,3	7,2	3,37	5,1	5,3	2,8	1,31		
L II	874°C	2,2	5,35	2,97	4,15	4,32	2,2	1,03		
L VI	927°C	2,10	2,15	1,00	2,53	2,63	1,63	0,755	28%	15,9%
L VII	927°C	2,10	3,8	1,77	4,8	5	2,24	1,05		

DEUXIEME PARTIE

LES TOPOGRAPHIES DE RAYONS X

2 - LES TOPOGRAPHIES DE RAYONS X.

Le rappel du principe de la méthode de Lang et l'exposé des conditions de son application aux éprouvettes de traction utilisées seront suivis de l'étude et de la discussion des topographies obtenues.

2.1 - La méthode de Lang.

2.1.1 - Principe de la méthode.

La différence entre les intensités des rayons X diffractés par le cristal parfait et les zones voisines des défauts où la tripériodicité du réseau est perturbée a permis d'obtenir les images de défauts comme les dislocations, les fautes d'empilements, les macles et les précipités. Parmi les deux familles de techniques d'observation, par réflexion et par transmission, l'une des plus fructueuses est la méthode de Lang (1957, 1958, 1959) dont nous allons rappeler le principe.

Un faisceau de rayons X incident RXI dont la divergence horizontale est limitée par une fente F_1 frappe un échantillon cristallin E placé de façon à ce qu'une famille de plans réticulaires satisfasse aux conditions de réflexion de Bragg pour une radiation caractéristique (fig 6). Dans le cristal, les rayons X donnent, à l'intérieur d'un dièdre dont la trace sur le plan horizontal est ABC , naissance à deux champs d'ondes. Un défaut M situé à l'intérieur de ABC donne, sur la plaque photographique P , deux images : l'une blanche et large D , l'image dynamique est intéressante surtout dans l'étude des champs de contrainte au voisinage de M , l'autre image P , dite directe (AUTHIER, 1965) ou projetée, correspond à un renforcement diffracté. Elle est noire. C'est elle que nous allons considérer.

Lorsque M est sur AB, le contraste est maximum et l'on obtient sur la plaque pratiquement la projection orthogonale des défauts situés sur la section AB, ce qui constitue une topographie dite de section. En éliminant le faisceau transmis RXT par une fente absorbante (F_2) et en translatant simultanément le cristal et la plaque, on obtient sur la plaque la projection des zones perturbées du cristal donnant lieu à un contraste ; l'image obtenue constitue une topographie de projection. Le contraste est lié à l'absorption des rayons X par l'échantillon. On montre qu'il est maximum lorsque le produit de l'absorption linéaire relative à la radiation utilisée par l'épaisseur du cristal est voisin de 1, ce qui dans le cas du silicium observé avec la radiation $K\alpha_1$ du molybdène ($\lambda = 0,707831 \text{ \AA}$) donne une épaisseur optimale voisine de $800 \mu\text{m}$.

Une dislocation est un défaut linéaire. Sa largeur, en dehors de celle du coeur qui est de l'ordre des distances interatomiques, se définit par le champ de déformation qui l'entoure. Les images des dislocations observées sur les topographies sont, en fait, les images des champs de déformation et le contraste dépend de la direction de la déformation et de direction du vecteur diffraction. Le contraste est maximum lorsque le vecteur de Burgers $\vec{b}$ est parallèle à $\vec{g}$. Il est pratiquement nul si les trois conditions suivantes sont satisfaites :

$$\begin{array}{lll} \vec{g} \cdot \vec{b} = 0 & \vec{g} \cdot \vec{b}_c = 0 & \\ \vec{g} \cdot (\vec{b} \wedge \vec{L}) = 0 & \vec{b}_c : \text{composante coin} & \vec{L} : \text{direction de la ligne} \end{array}$$

Ces résultats s'appliquent à une dislocation isolée ; ils peuvent être modifiés dans le cas où les champs de déformation de deux défauts interfèrent, pour de très petites boucles, par exemple.

2.1.2 - Pouvoir de résolution.

Le pouvoir de résolution théorique η est la largeur minimum des images de dislocations que l'on peut obtenir dans des conditions expérimentales idéales fictives, η ne dépend que du champ de déformation de la dislocation, du système de plans réflecteurs choisis, des conditions aux limites des

surfaces du cristal, de la largeur naturelle et de la longueur d'onde de la radiation utilisée

$$\eta \sim 2 \text{ à } 5 \mu\text{m}$$

Ce pouvoir de résolution est augmenté par les conditions réelles de l'expérience : instabilité thermique et mécanique de l'ensemble diffractographe - générateur, grain de la plaque, dimension du foyer, divergence du faisceau, défaut d'orthogonalité du faisceau réfléchi par rapport à la plaque.

2.1.3 - Conditions d'emploi.

L'influence des paramètres géométriques L , L' , ℓ' largeur de la fente F_1 et position de la plaque nucléaire (fig. 6) sur la largeur des images impose certaines conditions entre ces paramètres et les dimensions du foyer de rayons X.

Pour n'obtenir qu'une image avec les radiations du doublet K_{α} , la divergence horizontale doit être inférieure à

$$\Delta\theta = \frac{\Delta\lambda}{2d_{hkl} \cos\theta}$$

θ = angle de Bragg, $\Delta\lambda = \lambda_2 - \lambda_1$, λ_1 et λ_2 longueurs d'onde du doublet $K_{\alpha 1}$ et $K_{\alpha 2}$, d_{hkl} : distance interréticulaire. Si h est la dimension horizontale apparente du foyer, f_1 la largeur de la fente F_1 et L la distance du foyer à la fente F_1 , la divergence horizontale est $\frac{f_1 + h}{L}$ et la condition précédente devient :

$$\frac{f_1 + h}{L} < \frac{\Delta\lambda}{2d_{hkl} \cos\theta}$$

Il faut que la divergence verticale du faisceau n'augmente pas la valeur de η , L' étant la distance foyer-échantillon, ℓ' la distance échantillon-plaque, H la hauteur du foyer :

$$\eta > \frac{H \ell'}{L'}$$

On peut vérifier que les dimensions du foyer utilisé $40 \times 40 \mu\text{m}^2$ ne diminuent pratiquement pas la résolution. Les distances L , L' et ℓ' étant dans le cas le plus défavorable égales à 300, 350 et 15mm. Le foyer fonctionne avec un débit électronique de

300 μ A sous 40 KV ; l'intensité de rayons X qui en résulte impose l'utilisation de plaques nucléaires dont la couche sensible est épaisse : 100 μ m (Ilford L4). Surexposer les plaques et les sous-développer à froid évite d'avoir un grain supérieur à 1 μ m. L'épaisseur des émulsions exige qu'elles soient placées perpendiculairement au faisceau réfléchi : un écart de 1° augmente de 1,8 μ m la largeur des images.

2.1.4 - Réalisation pratique.

La qualité des topographies en méthode de Lang impose certaines conditions à la réalisation des diffractographes :

- fente F_1 absorbante, à bords parallèles réglables de façon à limiter la divergence horizontale entre $5''$ et $5'$ d'arc.
- mouvement de rotation du cristal autour d'un axe vertical très sensible permettant de placer le cristal en réflexion de Bragg avec précision ($2''$ à $20''$).
- mouvement de translation sans composante de rotation ($< 2''$) de façon à laisser le cristal en parfaite réflexion.
- mouvement de rotation du cristal autour d'un axe horizontal permettant de repérer une position à $5'$ près de façon à mettre les plans réflecteurs parallèles à la fente F_1 .
- grande stabilité mécanique de l'ensemble évitant tout dérèglement en cours de pose.

Un compteur Geiger-Müller permet de placer les cristaux en réflexion. Pour assurer le parallélisme du plan réflecteur avec la fente F_1 , les diffractographes sont équipés du dispositif représenté à la figure 7 permettant la rotation du cristal autour d'un axe horizontal. Un balancier dont l'axe de rotation Ω est horizontal s'appuie en P contre une butée micrométrique au centième de mm sous la sollicitation d'un ressort de rappel. Sur le haut du balancier on a fixé un secteur goniométrique dont l'amplitude de rotation est $(-20^\circ, +20^\circ)$. Ce secteur est équipé d'un dispositif permettant d'y fixer l'échantillon à étudier. Le déplacement de la butée micrométrique permet un réglage fin de la rotation sur une dizaine de degrés. La précision de la rotation est de l'ordre de la minute pour la longueur du bras de levier employée ($\Omega P \sim 40\text{mm}$). Si l'on prend soin de rattraper les jeux en tournant la butée toujours dans le même sens, une position de

rotation peut être reproduite à 2' près.

2.1.5 - Application de la méthode de Lang à nos éprouvettes.

Notre objectif est de déterminer la géométrie (position, forme), la densité et la nature (vecteur de Burgers) des dislocations qui apparaissent au début de la déformation.

La quasi certitude de ne trouver dans ces expériences que des dislocations parfaites de vecteur de Burgers $\frac{1}{2} \langle 110 \rangle$ permet de prévoir que les 3 clichés effectués sur les plans $(\bar{1}11)$, $(1\bar{1}1)$ et $(11\bar{1})$ suffisent à déterminer les vecteurs de Burgers comme le montre le tableau III. Nous avons ajouté une quatrième topographie effectuée suivant les plans $(2\bar{2}0)$; cette topographie pour laquelle la pose est rapide (le cristal est pratiquement vertical pendant la pose) permet des vérifications avant et après traction.

TABLÉAU III

Conditions de visibilité des dislocations. V : la dislocation donne une image. O : la dislocation ne donne pas d'image.

Vecteurs de Burgers Réflexions	$[01\bar{1}]$	$[110]$	$[101]$	$[10\bar{1}]$	$[011]$	$[1\bar{1}0]$
$(\bar{1}11)$	O	O	O	V	V	V
$(1\bar{1}1)$	V	O	V	O	O	V
$(11\bar{1})$	V	V	O	V	O	O
$(2\bar{2}0) (\bar{2}20)$	V	O	V	V	V	V
$(40\bar{4}) (\bar{4}04)$	V	V	O	V	V	V

L'étude de la géométrie des dislocations nous a conduit à utiliser quatre méthodes.

La localisation des défauts a été effectuée grâce à des topogrammes de sections et des paires de topographie de projection $(2\bar{2}0)$. Deux projections stéréoscopiques sont obtenues avec des vecteurs diffractions égaux et opposés. Le contraste

des images de projection est pratiquement le même dans les deux clichés et les deux topographies constituent deux projections orthogonales dont les directions de projection (les rayons réfléchis) font entre elles un angle 2θ .

Les directions des dislocations ont été étudiées en comparant leur projection dans le plan de la plaque photographique avec les projections des directions cristallographiques. Nous avons aussi déterminé les plans de glissement des boucles en effectuant des topographies pour lesquelles la direction des rayons réfléchis est parallèle au plan de glissement, les boucles se projettent alors suivant des segments rectilignes.

Nous avons représenté sur la projection stéréographique (figure 8) les directions $\langle 110 \rangle$ les plans $\{111\}$. On peut placer dans les plans d'incidence les pôles des directions des rayons réfléchis, on remarque ainsi que les topographies $(40\bar{4})$ et $(\bar{4}04)$ sont obtenues avec des directions de projection pratiquement contenues dans les plans $(\bar{1}11)$ et $(11\bar{1})$.

La densité de dislocations est déterminée à partir des topographies de section et des topographies de projection. La topographie de section permet de compter les intersections des dislocations n_1 sur une section et, connaissant la section du cristal par le faisceau de rayons X inciden, s_{RXI} , on obtient :

$$N_{TS} = \frac{n_1}{s_{RXI}}$$

On peut compter aussi les intersections n_2 des dislocations avec un plan parallèle aux rayons réfléchis directement sur la topographie de projection. On obtient :

$$N_{TP} = \frac{n_2}{s_{RXR}}$$

On peut aussi mesurer les longueurs $\mathcal{L}$ des dislocations à partir de leurs images sur la topographie de projection d'un volume v de cristal si l'on connaît leur direction :

$$N_{\mathcal{L}} = \frac{\mathcal{L}}{v}$$

La valeur n_1 qui permet la détermination de N_{TS} est parfois difficile à établir car on observe des images d'assez grande dimension lorsque les dislocations sont peu inclinées par

rapport au plan de la section. La détermination de N_{TP} est la plus simple mais le choix de la direction de la trace du plan sécant sur le plan de projection a une très grosse influence sur la valeur de N_{TP} trouvée.

La détermination de la longueur δ implique la connaissance du grandissement suivant la direction de projection. Ce grandissement est $\cos(\vec{RXR}, \vec{L})$. Nous ne considérons que cette notion de grandissement dans notre étude.

La dimension des images des dislocations en méthode de Lang limite son application à des cristaux à faible densité de dislocation. On atteint une idée de cette densité limite N en considérant la densité de dislocation telle que leurs images occupent toute la projection. Soient e l'épaisseur du cristal,

δ la largeur des images de dislocations, f la fraction de dislocations donnant lieu à un contraste et φ l'inclinaison moyenne des dislocations par rapport aux rayons réfléchis. Ψ l'angle entre la normale à la lame cristalline et les rayons réfléchis :

$$N_e = \frac{\cos \Psi}{f e \delta \cos \varphi}$$

ce qui donne pour nos cristaux dans une réflexion $\{111\}$

$$\cos \Psi \sim \cos \varphi \quad f = \frac{1}{3} \quad e \sim 800 \mu \quad \delta \sim 10 \mu$$

$$N_e \sim 1,5 \cdot 10^5 \text{ cm}^{-2}$$

Cette limite est surestimée car il semble qu'au-delà de 10^4 cm^{-2} les clichés soient difficilement exploitables.

2.2 - Les résultats obtenus.

Les topographies de rayons X ont permis d'effectuer des observations concernant l'influence des traitements thermiques et des observations concernant la déformation proprement dite.

2.2.1 - Topographies des précipités apparus après traitement thermique.

La disparition de la bande d'absorption infra-rouge $9\mu\text{m}$, après maintien de plusieurs heures entre 1000° et 1200° C d'un échantillon de silicium contenant de l'oxygène ($\sim 10^{18}$ atomes. cm^{-3}) a été attribuée par KAISER(1957) à la production de petites particules de silice. Le rôle de l'oxygène dans le silicium se manifeste généralement après traitement thermique dans d'autres expériences : variation de résistivité électrique (R.A. LOGAN et A.J. PETERS, 1957), diminution de l'intensité de rayons X en transmission anormale (PATEL et BATTERMANN, 1963). On obtient aussi des renseignements sur des précipités individualisés par balayage du faisceau électronique de microsonde (CZAJA, PATEL, 1965), microanalyse par fluorescence X (T. ABE and S. MARUYAMA, 1966), microscopie infra-rouge (FIERMANS et VENNIK, 1965, 1967) et méthode de Lang (FURUSHO, 1963, 1964 - SHULPINA, 1965 - FIERMANS et VENNIK, 1967 - FOCT et CHAMPIER, 1966).

Les topographies effectuées sur les échantillons de type C nous ont permis d'observer, après un chauffage de 3 heures à une température de 746°C nettement moindre que dans les expériences précitées, de petites taches noires. Ces taches ont un diamètre de 5 à $10\mu\text{m}$ et ne forment pas un continuum ; leur contraste ne disparaît dans aucun des clichés $(\bar{1}\bar{1}1)$, $(1\bar{1}1)$, $(11\bar{1})$ et $(2\bar{2}0)$. La densité de ces spots voisine de $15/\text{mm}^2$ pour une durée de traitement de 3 heures est multipliée par un facteur 4 pour un traitement de 15 heures et reste apparemment constante lorsque le traitement se poursuit. La densité est généralement maximum au centre de l'échantillon, c'est-à-dire au voisinage de l'axe du barreau monocristallin initial alors que les études de Furusho (1963, 1964) montrent une précipitation pratiquement constante sur toute la plaquette sauf au voisinage immédiat des bords où elle diminue rapidement. Lorsque le cristal contient des dislocations originelles, la précipitation s'y effectue préférentiellement et les images sont alors ponctuées (figure 9). On n'observe plus une extinction nette sur les topographies dont le vecteur diffraction est perpendiculaire au vecteur de Burgers. La précipitation sur la dislocation semble

d'autant plus importante que la composante coin est plus marquée, mais la difficulté d'effectuer une mesure de la précipitation le long des lignes de dislocations interdit d'énoncer une loi quantitative. Cette précipitation préférentielle sur les dislocations est responsable de la très grande densité de taches noires que présentent les topographies après chauffage d'un cristal dont le polissage chimique des surfaces est insuffisant. Le polissage mécanique, même soigné, laisse à la surface de petites imperfections qui sont décorées pendant le traitement thermique. Dans ce cas, les topographies de section montrent en effet nettement que les taches noires sont très denses au voisinage des surfaces. Si l'on enlève chimiquement une couche de 15 à 20 μm , les taches noires superficielles disparaissent.

Pour les éprouvettes du type L, la précipitation n'est observée qu'au-dessus de 900°. Les photographies de la figure 10 effectuées sur l'échantillon L V après un chauffage de 1 heure à 927° C présentent, à côté de petits précipités semblables à ceux que l'on observe à plus basse température sur des échantillons du type C, de gros précipités de diamètre voisin de 100 μm . Ces précipités bien développés présentent très nettement une ligne radiale blanche. Cette zone de contraste nul est grossièrement parallèle aux plans réflecteurs, c'est-à-dire normale au vecteur diffraction $\vec{g}$. Les topographies relatives aux réflexions (220) et (111) du cristal L V montrent cette ligne de non contraste sur 5 précipités. On la retrouve aussi perpendiculaire à $\vec{g}$ dans les clichés (111) et (111).

L'existence d'une ligne de non contraste perpendiculaire à $\vec{g}$, quels que soient les plans réflecteurs, permet de penser que le champ de déplacement $\vec{R}$ autour d'un précipité est, en première approximation, à symétrie sphérique, proportionnel à $\frac{1}{r}$ en effet le contraste est nul lorsque le produit $\vec{g} \cdot \vec{R} = 0$, c'est-à-dire dans le plan diamétral normal à $\vec{g}$.

La différence des résultats obtenus pour les cristaux C et L montre que la concentration en oxygène détermine très directement la précipitation. Les précipités à champ de déplacement sphérique peuvent être dus à l'oxygène, comme l'indiquent les résultats de CZAJA et PATEL (1965) qui, après

chauffage à 1000°, ont observé des précipités dans du silicium dont la concentration en oxygène est inférieure au seuil de détectabilité infra-rouge. Il semble cependant probable que le carbone joue un rôle très important pour les cristaux à très faible concentration d'oxygène. FIERMANS et VENNIK (1967) attribuent à des précipités β SiC le rôle de centres d'indentation nécessaires à la précipitation d'impuretés métalliques comme le cuivre lorsque le nombre de précipités de silice n'est pas assez grand. La nature chimique du constituant responsable des différents types de précipités devrait être précisée par des méthodes directes comme celles qui ont déjà été utilisées par T. ABE et S. MARUYAMA (1966). Comme l'ont déjà remarqué PATEL et BATTERMANN (1963), il existe de très grandes hétérogénéités à l'intérieur d'un même cristal et il est possible que dans un même échantillon des zones où la concentration en carbone est forte donnent naissance à un type de précipités et les zones riches en oxygène à un autre. Il nous est arrivé, en effet, d'observer dans des échantillons du type C des précipités à déplacement sphérique. Les gros précipités en forme de platelets obtenus par FURUSHO (1964) n'ont pas été observés aux températures des essais rapportés ici. Les images des précipités sont en général dissymétriques. Il est probable que la symétrie du champ de déplacement ne soit pas parfaitement sphérique, il est possible aussi qu'il s'agisse d'effets de diffraction dynamiques, on remarque en effet que la partie la plus importante de l'image est toujours du côté des rayons X incidents.

2.2.2 - Les dislocations apparues au cours de la déformation.

Les topographies effectuées sur les cristaux Lopex L XI, L III, L V nous ont permis d'étudier l'allure générale des dislocations apparues, leur répartition le long de l'échantillon, la nature des différents systèmes de glissement activés. Nous avons aussi étudié des configurations de dislocations particulières. L'influence de l'état de surface a été étudiée sur des échantillons L et des échantillons C.

2.2.2.1 - Allure générale des dislocations apparues, répartition, nature des systèmes de glissements activés.

Les tractions effectuées sur les éprouvettes L IX, L X, L I, L II, L VI, L VII ont permis de déterminer la valeur de la limite élastique supérieure σ_S aux températures de 800° C, 864° C et 927° C à des vitesses de déformations efficaces voisines les unes des autres. Les résultats de ces essais consignés dans le tableau II nous ont permis d'interrompre les tractions sur L XI, L III, L V au voisinage de $\frac{\sigma_S}{2}$ aux températures de 800° C, 864° C et 927° C. Les caractéristiques de ces trois essais sont résumées au tableau IV. Chaque essai a été précédé de topographies ($2\bar{2}0$) sur lesquelles nous n'avons observé aucune dislocation ni aucune trace de rayure.

TABEAU IV

Conditions des essais de traction effectués sur les échantillons étudiés.

Conditions de l'essai Echantillon	Section (mm ²)	Temp. (°C)	Vitesse de def. effect. (10 ⁻⁴ mm s ⁻¹)	Contrainte de traction atteinte (kg/mm ²)	Topographies
L XI	1,95	800	6,25	6,2	($2\bar{2}0$) ($\bar{1}11$) ($1\bar{1}1$) ($11\bar{1}$)
L III	2,05	864	3,93	3,9	($2\bar{2}0$) ($\bar{1}11$) ($1\bar{1}1$) ($11\bar{1}$) ($40\bar{4}$) ($\bar{4}04$) ($\bar{1}1\bar{1}$)
L V	1,95	927	1,76	1,0	($2\bar{2}0$) ($\bar{1}11$) ($1\bar{1}1$) ($11\bar{1}$)

Les clichés de la figure 11, L XI ($2\bar{2}0$), L III ($2\bar{2}0$) L V ($2\bar{2}0$) effectués après déformation montrent que la répartition des dislocations apparues par traction est très hétérogène le long de l'éprouvette. Au voisinage des congés le glissement très important dans différents systèmes empêche de résoudre individuellement les dislocations ; la densité de dis-

locations ne peut pas être mesurée sur les topographies. Elle est supérieure à 10^4 cm^{-2} . Dans les zones où l'on peut résoudre les dislocations, nous avons mesuré la densité de dislocations par l'intersection des lignes de dislocations sur les topographies ($2\bar{2}0$) avec des lignes perpendiculaires à l'axe de l'éprouvette dont la position est repérée par le rapport $\frac{x}{\ell}$. Le comptage effectué sur les topographies ($2\bar{2}0$) ne comprend pas les dislocations dont le vecteur de Burgers est parallèle à la direction $[110]$, cependant l'erreur commise est peu importante. L'orientation des lignes sur lesquelles on compte les intersections a aussi une influence puisque les directions des dislocations et leur répartition n'est pas au hasard. Les courbes obtenues (fig. 12) montrent que la densité de dislocations varie de façon très hétérogène le long de l'éprouvette entre zéro et plus de 10^4 cm^{-2} , sans qu'il soit possible d'effectuer un traitement quantitatif. L'hétérogénéité de la répartition des dislocations a déjà été remarquée sur le silicium (SYLWESTROWICZ, 1962) ; sur le germanium cette hétérogénéité a été exploitée quantitativement au voisinage de la limite élastique inférieure (SCHROTER, ALEXANDER et HAASEN, 1964) ou au voisinage du point d'inflexion de la courbe de fluage (BERNER et ALEXANDER, 1967). La comparaison des topographies L XI ($2\bar{2}0$), L III ($2\bar{2}0$) et L V ($2\bar{2}0$) et des courbes de la fig. 12 montre que l'hétérogénéité est d'autant plus importante que la température de l'essai est élevée. Cette remarque est tout-à-fait conforme à ce que l'on pouvait attendre : on effet, à haute température les dislocations sont mobiles pour des contraintes très faibles et les premières sources activées suffisent à déformer plastiquement l'éprouvette à la vitesse qui lui est imposée par la machine sans qu'il soit nécessaire d'activer d'autres sources.

Les dislocations apparues au cours de la déformation forment des groupes de boucles ou de demi-boucles, en première approximation concentriques et de forme plus ou moins hexagonale ; ces arrangements permettent de penser que le mécanisme de multiplication est le mécanisme de Frank-Read ou un mécanisme dérivé. La forme des boucles se rapproche d'autant plus de l'hexagone que la température de formation est basse, ce qui est en accord avec les observations de GEROLD et MEYER (1962)

sur le germanium. Les côtés de l'hexagone sont parallèles aux directions denses $\langle 110 \rangle$ qui constituent les collines et les vallées de Peierls Nabarro. Avec l'activation thermique, l'importance des forces de Peierls diminue et les dislocations se courbent plus facilement. Certains arrangements sont particulièrement bien développés ($> 1000 \mu\text{m}$) et contiennent un grand nombre de boucles (30) alors que l'on observe des boucles isolées d'une centaine de microns. L'observation des arrangements permet de constater qu'en première approximation les boucles sont équidistantes les unes des autres. Si l'arrangement comporte n boucles et que le diamètre des boucles extrêmes sont d_e et d_i , la longueur de l'ensemble est

$$L = nk' \frac{d_e + d_i}{2}$$

k' étant un coefficient lié à la forme géométrique des boucles égal à π et 3 pour le cercle et l'hexagone régulier, à $\frac{\pi}{2}$ et $\frac{3}{2}$ pour le demi-cercle et le demi-hexagone.

Les topographies effectuées après déformation sur les échantillons L XI, L III et L V avec les plans réflecteurs $(\bar{1}11)$, $(1\bar{1}1)$ et $(11\bar{1})$ permettent la détermination des vecteurs de Burgers et des plans de glissement des différents arrangements. Dans les zones centrales des échantillons L XI ($\frac{x}{L} \in [1,7,5]$) et L III ($\frac{x}{L} \in [1,6]$) les arrangements sont individualisables et l'on a pu déterminer leurs vecteurs de Burgers et leurs plans de glissement. La mesure des longueurs des différents arrangements a permis d'évaluer la densité des dislocations apparues dans les différents systèmes de glissement. Ces résultats sont rapportés au Tableau V. Le système primaire est nettement plus activé que les autres systèmes de glissement et pour les régions étudiées, toutes les directions de glissement $\langle 110 \rangle$ sauf une, $[101]$, sont représentées dans l'un des deux cristaux L XI et L III au moins. En général le glissement suivant une direction cristallographique ne s'est effectué que dans le plan pour lequel le facteur de Schmid était maximum. Ainsi, suivant la direction $[011]$ le glissement n'a été observé que dans le plan $(11\bar{1})$ et pas dans le plan $(1\bar{1}1)$ qui correspond à un facteur de Schmid

environ trois fois plus faible. Cependant, dans L XI, deux

TABEAU V

Valeurs de la densité des dislocations (cm^{-2}) et du glissement ($\frac{b}{l}$) mesurées sur les échantillons L XI à 800°C et L III à 864°C .

Direction de Glissement de projection		$[01\bar{1}]$	$[110]$	$[101]$	$[10\bar{1}]$	$[011]$	$[1\bar{1}0]$
L XI	$(\bar{1}11)$	660 5,8	105 0,42	0 0			
	$(1\bar{1}1)$		2 0,004		195 1	0 0	
	$(11\bar{1})$			0 0		50 0,345	46 0,85
L III	$(\bar{1}11)$	1580 20	208 1,45	0 0			
	$(1\bar{1}1)$		0 0		35 0,025	0 0	
	$(11\bar{1})$			0 0		185 1,82	210 1,77

semi-boucles peu développées de vecteur de Burgers parallèle à $[110]$ ont glissé dans le plan $(1\bar{1}1)$ alors que le facteur de Schmid est deux fois plus faible que pour le système $(\bar{1}11)[110]$ mais ce phénomène est vraiment peu marqué et n'infirme pas l'observation précédente en raison de son caractère exceptionnel. Les résultats du tableau V semblent indiquer que la densité des dislocations apparues dans un système de glissement n'est pas une fonction monotone croissante du facteur de Schmid : Il arrive, en effet, que deux systèmes de même facteur de Schmid soient inégalement activés, $(11\bar{1})[101]$ et $(11\bar{1})[011]$ par exemple, et même que, de deux systèmes, le plus activé soit celui pour lequel le facteur de Schmid est le plus petit: $(1\bar{1}1)[10\bar{1}]$ est dans L XI plus activé que $(\bar{1}11)[110]$, $0,29 < 0,35$. Il semble possible que la production de dislocations ne dépende pas seulement de la valeur du facteur de Schmid. L'absence de glissement suivant

[101] peut indiquer que les vecteurs de Burgers de sources possibles ne sont pas uniformément répartis. Le dispositif de traction ne laissant pas les têtes de l'éprouvette libres en rotation et interdisant aussi la translation des têtes dans des directions perpendiculaires à la direction d'allongement, il semble impossible, à priori, que le seul glissement primaire puisse déformer l'éprouvette suivant la direction qui lui est imposée.

L'aire $\mathcal{S}$ balayée par les dislocations d'un arrangement s'obtient de la même façon que sa longueur :

$$\mathcal{S} = k'' \left[n D_e D_i + \frac{n}{3} (D_e - D_i)^2 + (D_e - D_i) \left\{ D_e \left(\frac{1}{3} + \frac{1}{6n} \right) - \left(\frac{2}{3} - \frac{1}{6n} \right) D_i \right\} \right]$$

k'' est une constante qui dépend de la géométrie des arrangements égale à $\frac{\pi}{4}$ et $\frac{\pi}{8}$ pour les cercles et les demi-cercles, $\frac{3\sqrt{3}}{8}$ et $\frac{3\sqrt{3}}{16}$ pour l'hexagone et le demi-hexagone réguliers.

Les glissements obtenus à partir des valeurs de $\mathcal{S}$, relatifs aux arrangements de même type des zones centrales précédemment considérées sont rassemblés dans le tableau V. Le glissement dans le système primaire est très supérieur à celui qui est observé dans les autres systèmes et l'on peut effectuer une discussion analogue à celle qui a été faite au sujet des densités dans ces différents systèmes. En effet, les glissements et les densités sont en général dans le même ordre.

Du choix de la zone où l'on effectue les mesures de densité de dislocations et de glissement dépend l'importance relative des différents systèmes, aussi le tableau V n'a qu'une valeur indicative que nous estimons, en première approximation, comme suffisamment représentative. L'hétérogénéité de la répartition des dislocations apparaît comme un obstacle important à un traitement quantitatif : il est en effet difficile de choisir une région de caractère suffisamment ergodique. L'étude poursuivie à partir des topographies des parties centrales de L XI et L III n'a pas pu être étendue au voisinage des têtes de l'éprouvette ni au cristal L V où l'importance de la densité de dislocations interdit toute mesure. Dans ces régions à forte densité le glissement primaire domine et ces zones sont précé-

dées de fronts de densité moindre où coexistent plusieurs systèmes de glissement. Sur aucune topographie ces zones très déformées ne s'éteignent, parfois même elles donnent lieu à des images confuses de plages noires et de plages blanches analogues à celles que l'on observe dans la partie supérieure de $LV(2\bar{2}0)$ (figure 11) où l'on constate même un rétrécissement de l'image faisant penser à une striction qui ne correspond pas à l'observation optique directe de l'échantillon. Le réseau cristallin fortement perturbé dans ces régions est le siège de rotation comme en témoignent les topographies de section qui, alors, ne conservent plus leur allure rectiligne.

2.2.2.2 - Etude des dislocations dans une zone caractéristique.

Les configurations de dislocations rencontrées dans les différentes éprouvettes sont pratiquement toutes représentées dans la moitié droite du cristal L III. Cette zone recouvre une surface égale à $7,8 \text{ mm}^2$ de l'échantillon dont l'épaisseur est 670μ . Les topographies de cette zone effectuées sur les plans réflecteurs $(\bar{1}11)$, $(1\bar{1}1)$ et $(11\bar{1})$ sont rassemblées à la figure 13. Nous avons aussi reporté sur un dessin toutes les dislocations rencontrées dans la zone. Les différents arrangements sont repérés par une lettre indexée ; la même lettre correspond aux arrangements d'un même système de glissement. L'étude de dislocations qui sont apparues et qui ont glissé dans le plan $(11\bar{1})$ précèdera, dans l'exposé, celle des dislocations dans $(1\bar{1}1)$ et $(11\bar{1})$ et nous mentionnerons les analogies.

Les arrangements du système primaire $(\bar{1}11)$, $[01\bar{1}]$ sont notés par la lettre A. Il y a 15 arrangements du type A dans la zone considérée. Ils sont constitués par des boucles complètes ($A_1, A_{10} \dots$) ou par des demi-boucles dont le nombre varie de 1 (A_{15}) à 25 (A_9) et plus (A_4). La dimension des boucles varie d'une centaine de μm (A_{15}) à $800 \mu\text{m}$ pour les ensembles bien développés (A_9). Le tableau de visibilité III montre que le vecteur de Burgers des dislocations du type A est bien parallèle à la direction $[01\bar{1}]$. L'étude des projections sur la plaque photographique des directions cristallographiques montre

que les côtés des hexagones sont parallèles aux directions $[01\bar{1}]$, $[110]$ et $[101]$ et que les arrangements étudiés sont effectivement dans le plan $(\bar{1}11)$. La nature du plan de glissement est en outre vérifiée par la topographie $(40\bar{4})$ pour laquelle le rayon réfléchi fait un angle voisin de zéro avec le plan $(11\bar{1})$ et les arrangements du type A se projettent alors suivant des segments de droites. Les points d'émergence des arrangements constitués par des demi-boucles A_4 , A_7 , A_9 ... déterminent une direction $[01\bar{1}]$ qui est bien l'intersection du plan de glissement $(\bar{1}11)$ avec le plan de la face de l'échantillon (111) . Il arrive que des boucles bien développées comme A_1 comportent des régions courbées ou non parallèles aux directions $\langle 110 \rangle$; la partie inférieure gauche de A_1 peut faire penser à un mécanisme de glissement dévié dans le plan (111) mais l'orientation de la partie rectiligne est plus proche de $[13\bar{2}]$ que de $[01\bar{1}]$.

La figure 14 montre que les arrangements qui émergent dans la zone étudiée sont situés au voisinage de la face de sortie des rayons X. Cette localisation préférentielle n'est pas due à l'oubli d'éventuels arrangements voisins de la face d'entrée à cause du contraste important des émergences situées sur la face de sortie. En effet, une topographie sur le plan $(1\bar{1}1)$, l'échantillon étant retourné face pour face, ne permet pas l'observation d'autres arrangements. Si l'on observe sur d'autres échantillons des arrangements situés sur les deux faces, il y a cependant toujours une face nettement favorisée par rapport à l'autre et nous pensons que ce fait s'interprète par une légère flexion de l'échantillon qui super-un champ de contraintes pratiquement uniaxe mais variable, maximum et opposé sur les deux faces, au champ de contrainte dû à la traction.

La mesure des différents côtés des hexagones, en tenant compte des grandissements relatifs à chaque direction montre que les segments vis sont plus grands que les côtés à 60° dans un rapport voisin de 2, ce qui indiquerait que dans les conditions de l'essai ($T = 864^\circ\text{C}$) la mobilité des parties à 60° est supérieure à la mobilité des parties vis. Cette remarque est encore valable aux températures de 800°C où le rapport des côtés est légèrement inférieur à 2 et à 927°C où ce rap-

port est de l'ordre de 3. Le fait que ce rapport ne soit pas indépendant de la température indique que l'un au moins des coefficients B , m et U de la formule (1) relative à la vitesse est différent pour les dislocations vis et les dislocations coin ou que l'un de ces coefficients n'est pas indépendant de la température, ce qui est en accord avec les résultats de SCHAFER (1967) sur le germanium.

Les boucles et les demi-boucles uniques telles que A_1 et A_5 semblent dues à la croissance simple d'une boucle sans que le mécanisme se régénère ; parfois on observe deux demi-boucles ou plus (A_{12} , A_3) au centre desquels n'apparaissent aucune dislocation. Plus généralement (A_4 , A_9) le centre des boucles est une région complexe difficile à résoudre.

A côté des arrangements de dislocations du système primaire, nous observons dans le plan $(\bar{1}11)$ des arrangements B dont le vecteur de Burgers est parallèle à $[110]$. Les arrangements B_1 , B_2 , B_3 sont ici dans le volume du cristal mais d'autres régions de l'échantillon présentent des arrangements du même type qui émergent.

La région du cristal L III sur laquelle nous avons porté notre attention ne contient qu'un seul arrangement dans le système de glissement conjugué $(1\bar{1}1) [10\bar{1}]$: C_1 - l'arrangement C_1 n'a pas la forme habituelle d'un ensemble de boucles ou de demi-boucles aux formes géométriques plus ou moins bien définies ; les dislocations s'enchevêtrent de façon complexe et le pouvoir séparateur des topographies ne nous permet pas de préciser la géométrie de C_1 . L'imprécision qui subsiste dans la description de C_1 a une importance réduite du fait de la rareté de cette géométrie. Dans d'autres échantillons (L XI) nous avons observé, dans le système conjugué, des arrangements bien développés ($n = 12$ $d_e = 800\mu$) dont les formes sont identiques à celles des arrangements du type A. Comme en témoigne le tableau V, les arrangements du système $(1\bar{1}1) [110]$ sont très rarement observés.

Dans le plan $(11\bar{1})$ les deux types d'arrangements observés D et E ont des vecteurs de Burgers parallèles aux directions $[1\bar{1}0]$ et $[011]$. Les arrangements E situés dans le système de glissement $(11\bar{1})$ $[011]$ pour lequel le facteur de Schmid est important : 0,35, sont bien développés : E_4 est constitué par onze boucles dont la plus grande mesure $120\mu\text{m}$. Les arrangements D de vecteur de Burgers $[1\bar{1}0]$ sont assez peu développés dans la région étudiée mais il arrive parfois que, malgré le facteur de Schmid assez faible (0,175) les arrangements du type D soient aussi bien développés que ceux du type E et parfois mieux. La remarque que nous avons faite sur les arrangements du type A à propos de la mobilité des parties vis et des parties à 60° s'applique aux arrangements du type D : les dislocations à 60° se déplacent plus que les dislocations vis.

Il arrive fréquemment que l'on observe, très proches l'un de l'autre, deux arrangements de systèmes différents : A_{10} et E_5 , B_3 et D_4 par exemple. Pour ces deux doublets, les vecteurs de Burgers sont perpendiculaires. Cette propriété est peut être fortuite et le pouvoir séparateur des topographies ne nous permet pas de dire si ces arrangements présentent entre eux quelque interaction.

Les arrangements observés sont constitués de dislocations vis et de dislocations à 60° , il n'est donc pas étonnant que l'extinction du contraste ne soit pas complète lorsque $\vec{g}$ est perpendiculaire au plan de glissement puisque le produit mixte $\vec{g} \cdot (\vec{b} \wedge \vec{L})$ n'est pas uniformément nul pour tout l'arrangement. Nous avons déterminé la géométrie des dislocations, leur position par rapport aux surfaces ainsi que la direction du vecteur de Burgers. Remarquons qu'il est possible de déterminer le sens du vecteur de Burgers en adoptant les conventions précisées par DEWIT (1965) pour lesquelles la formule de Peach et Koehler s'écrit

$$\vec{F} = + (\vec{b} \cdot \vec{\sigma}) \wedge \vec{L}$$

La connaissance du sens de la force F , c'est-à-dire du déplacement de la dislocation, entraîne la détermination du sens

du vecteur de Burgers une fois choisie l'orientation de la ligne puisque l'on connaît $\vec{\sigma}$: ici $\vec{\sigma} = \begin{pmatrix} 42\bar{6} \\ 21\bar{3} \\ \bar{6}39 \end{pmatrix} \frac{F}{14.S}$

Le déplacement de la dislocation s'effectue au cours de la traction, de façon à allonger l'échantillon. Cette remarque suffit pratiquement à préciser le sens du vecteur de Burgers. Examinons la boucle D_4 que l'on oriente dans le sens trigonométrique : son vecteur de Burgers est parallèle à la trace du plan de glissement sur la face de l'échantillon. En émergeant, les parties coin de cette boucle vont produire des marches en surface. Il y a donc, au-dessus de la partie droite de la boucle, un demi-plan supplémentaire. D'après les conventions précitées, le vecteur de Burgers est dirigé vers la gauche (figure 14).

2.2.2.3 - Influence de l'état de surface.

Les limites élastiques sont fortement liées à l'état de surface des échantillons que l'on soumet à l'essai de traction. Patel a montré que les limites élastiques supérieure et inférieure du germanium étaient considérablement abaissées (25%) lorsque le polissage mécanique n'était pas suivi d'une attaque chimique permettant d'enlever toute la couche perturbée. Le polissage mécanique et chimique des échantillons est une opération très importante. Certains auteurs procèdent à un polissage mécanique poussé sur des abrasifs aux grains de plus en plus fins (SCHAFER, ALEXANDER, HAASEN, 1964) pour éviter un polissage chimique trop sévère risquant de détruire la perfection géométrique des éprouvettes. La forme de nos échantillons et leur fragilité nous a obligé à des attaques chimiques importantes pour éliminer toute trace de polissage mécanique.

Des essais effectués sur les éprouvettes du type C nous ne retiendrons que ceux qui ont trait aux éprouvettes C I et C XI. L'éprouvette C I, après un polissage à l'alumine (2μ) a subi une attaque CP_4 permettant d'enlever une couche de 5μ . L'échantillon C I a été soumis à des tractions à $764^\circ C$ interrompues pour des contraintes σ_I de $0,58 - 0,93$

1,16 - 1,55 - 1,75 - 1,94 - 2,21 - 2,52 - 3,11 - 3,88 - 4,78 et 5,83 kg/mm² chaque traction étant suivie de topographies sur les plans {111}, les plans réflecteurs (2 $\bar{2}$ 0), ($\bar{1}\bar{1}$ 3), ($\bar{1}$ 3 $\bar{1}$) et (3 $\bar{1}\bar{1}$) étant parfois utilisés à titre de vérification. Après l'application d'une contrainte de 1,55 kg/mm², des ensembles de dislocations comptant jusqu'à 10 demi boucles atteignant 480 μ m ont été observés dans le système primaire. La densité des boucles a augmenté au cours des expériences ultérieures sans que l'on puisse observer une croissance des arrangements ce "blocage" étant attribué à des impuretés. D'autres boucles situées dans le plan (11 $\bar{1}$) de vecteur de Burgers parallèle à [$\bar{1}\bar{1}$ 0] et dans le plan (1 $\bar{1}$ 1) et de vecteur de Burgers parallèle à, [$\bar{1}$ 0 $\bar{1}$] sont apparues au cours des expériences suivantes. Pour la contrainte de 5,83 kg/mm² nous avons observé la rupture fragile de l'échantillon.

Une attaque chimique poussée a permis d'enlever 40 μ m sur chaque face de l'éprouvette C XI. Des topographies avant traction ont permis, en outre, de vérifier qu'aucune trace de rayure ou de dommage mécanique ne subsistait. L'essai de traction à 746°C sur C XI a permis d'observer une rupture fragile pour une contrainte $\sigma_R = 12$ kg/m², la rupture ayant affecté l'échantillon en plusieurs endroits. Des topographies effectuées sur la partie centrale n'ont pas permis d'observer de dislocations apparues au cours de la traction.

La différence de comportement observée pour les éprouvettes C I et C XI est manifestement due à la différence d'épaisseur des couches superficielles enlevées par attaque chimique. L'attaque faible effectuée sur C I, destinée à ne pas perturber la planéité et la géométrie de l'échantillon, n'a pas permis d'enlever toutes les traces du polissage.

Les manipulations effectuées sur le cristal L 104 sont destinées à vérifier qu'une rayure perpendiculaire à la direction de glissement primaire permet de créer des boucles dans le plan de glissement primaire (SCHAFER).

Après avoir enlevé une couche de $50\mu\text{m}$, nous avons effectué sur le cristal L 104 une rayure au diamant suivie d'une attaque chimique légère permettant d'éliminer une couche très perturbée de $10\mu\text{m}$ d'épaisseur. L'obligation de conserver la face antérieure du cristal plane pour effectuer une rayure au diamant ne nous a pas permis d'enlever complètement la zone écrouie par découpage aux ultra-sons au bord de l'échantillon. L'essai de traction à 864°C interrompu au voisinage de $\frac{\sigma_{864^\circ}}{2}$ a montré qu'une source centrée sur la rayure avait fonctionné et créé des demi-boucles dans le système primaire. La zone frontière épargnée par l'attaque chimique a induit un ensemble non résoluble de dislocations dans le système primaire formant sur les topogrammes un ruban noir parallèle à $[01\bar{1}]$ traversant tout le cristal.

T R O I S I E M E P A R T I E

DISCUSSION

3 - DISCUSSION.3.1 - Mécanisme et origine de la multiplication.

Les images des arrangements de boucles ou de demi-boucles qui sont apparus après traction indiquent que le mécanisme de multiplication est semblable au mécanisme de FRANK et READ (1950). Les topographies des éprouvettes avant l'essai de traction prouvent que les sources ne sont pas constituées par des segments glissiles ancrés par des noeuds de dislocations puisque l'on n'observe aucun réseau de dislocations avant déformation. Contrairement à des expériences précédentes (J. FOCT et G. CHAMPIER, 1966), l'importance du polissage chimique effectué qui enlève une couche de matière d'épaisseur supérieure à $50 \mu\text{m}$ sur les éprouvettes L et l'observation sans ambiguïté d'arrangements situés à l'intérieur du cristal dont les centres sont parfois à plus de $70 \mu\text{m}$ de la surface, ne permettent pas de relier l'existence de sources à des défauts superficiels laissés par un polissage mécanique.

Les topographies ont montré que la majorité des sources sont très voisines de la surface. Ce phénomène peut être attribué à des effets spécifiques de surface (FRIEDEL, 1961 - NABARRO, 1967). Cependant, le fait qu'une des faces des éprouvettes soit nettement favorisée par rapport à l'autre, indique plutôt l'existence possible d'une flexion parasite de l'échantillon créant une contrainte uniaxe qui s'ajoute sur une des faces à la contrainte créée par la traction et qui se retranche sur l'autre. On conçoit très bien que les effets de la force image s'ajoutant à ceux des flexions parasites éventuelles

favorisent le fonctionnement de sources en surface. Il semble vraisemblable que les sources soient constituées par des petites boucles de dislocations originelles trop petites pour être observées par la méthode de Lang en raison du pouvoir séparateur. Les topographies effectuées avant l'essai de traction présentent parfois des points noirs flous au contraste très faible que l'on distingue très difficilement. Ces faibles images pourraient être dues à des boucles très petites, mais les tentatives pour faire correspondre à une source activée observée sur une topographie (hkl) après déformation un spot sur la même topographie (hkl) avant déformation n'ont pas donné de résultat. Les boucles sont probablement parfaites mais elles ne sont pas nécessairement planes et comportent des crans sessiles qui s'opposent à leur disparition pendant l'élaboration du monocristal et qui agissent au cours de la déformation comme points d'ancrage.

Dans le cas où existent des boucles glissiles parfaitement planes, la multiplication des dislocations ne peut s'effectuer que par dilatation des boucles correctement orientées dans les systèmes de glissement les plus activés et l'on obtient ainsi des boucles bien développées. Si la boucle n'est pas plane, on peut supposer qu'elle comporte une partie glissile G et une partie sessile S. Dans le cas où la partie glissile est constituée par un seul arc plan bien développé, les points où le caractère glissile ou sessile change constituent les deux points d'ancrage d'une source de Frank-Read plane (fig. 16a).

A partir du mécanisme de multiplication discuté, on se propose de calculer dans le système primaire la variation de la densité de dislocation en fonction de la cisssion appliquée τ avant la limite élastique supérieure. Une source A_i produit un arrangement de boucles dont la plus grande a pour rayon R_i . En supposant que les boucles se déplacent à la vitesse v fournie par la relation (1) où la cisssion effective est égale à τ , on peut écrire :

$$\frac{dR_i}{dt} = v$$

La source est activée à partir d'une cisssion τ_{oi} jusqu'à la cisssion τ_A à laquelle on arrête l'essai. Au début de la déformation τ varie linéairement avec le temps, d'après la définition de $\dot{a}_{eff}$ (§ 1.3.3)

$$d\tau = s E \dot{a}_{eff} dt$$

où s est le facteur de Schmid :

$$R_i = \int_{\tau_{oi}}^{\tau_A} B \exp\left(-\frac{U}{kT}\right) \frac{\tau^m d\tau}{s E \dot{a}_{eff}} \quad (6)$$

Pour une source plane nos observations, confirmant les images obtenues par DASH (1957) montrent que les différentes boucles sont pratiquement équidistantes les unes des autres. La longueur de l'arrangement créé est ainsi égale à la somme des périmètres des boucles dont les rayons sont en progression arithmétique de raison ρ_i . Pour les différents arrangements de plus de 5 boucles, ρ_i est à 800° compris entre 10 et $25 \mu m$ à 864° entre 20 et $50 \mu m$. Le nombre de boucles issues de la source A_i est :

$$\nu_i = \frac{R_i}{\rho_i}$$

et la longueur de l'arrangement :

$$\mathcal{L}_i = \sum_{j=1}^{\nu_i} 2j k' \rho_i$$

k' étant une constante géométrique définie précédemment (§ 2.2.1) reliant le périmètre des boucles à leur diamètre. La mesure de la densité dans les différents systèmes de glissement a montré qu'en général les dislocations des arrangements où l'on compte plus de 5 boucles représentent 80% et plus de la densité totale. Ceci permet d'assimiler la somme représentant $\mathcal{L}_i$ à :

$$\mathcal{L}_i = k' \rho_i \nu_i^2 = \frac{k' R_i^2}{\rho_i} \quad (7)$$

La densité de dislocations dans le système primaire est proportionnelle à la somme des longueurs des différents arrangements

$$\sum_i \mathcal{L}_i = \sum_i \frac{k'}{\rho_i} \left(\frac{B}{E s \dot{a}_{\text{eff}}^{m+1}} \exp - \frac{U}{kT} \right)^2 (\tau_A^{m+1} - \tau_{oi}^{m+1})^2$$

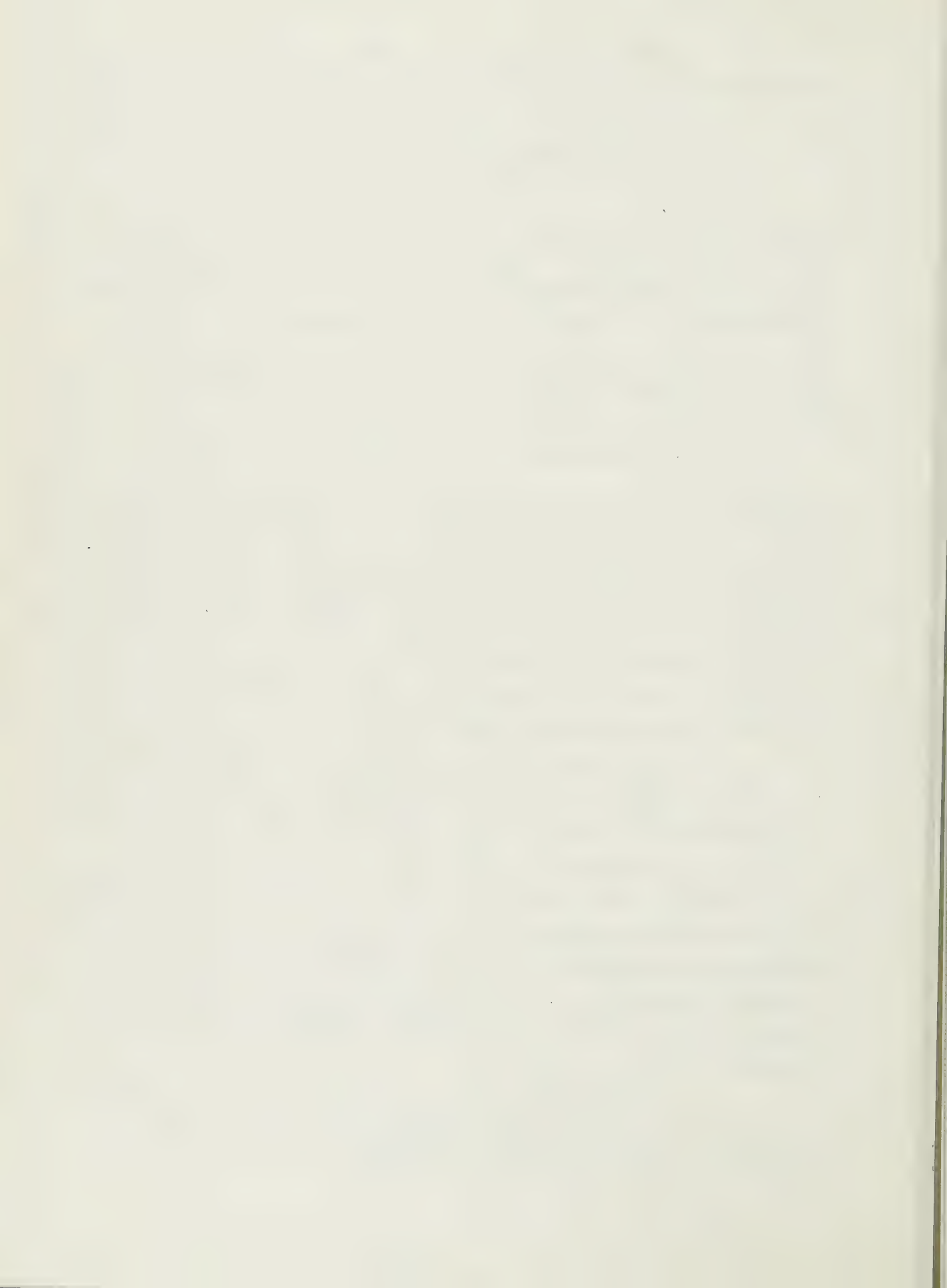
La somme précédente ne porte que sur les boucles qui sont activées c'est-à-dire celles pour lesquelles $\tau_{oi} < \tau_A$. En essayant de séparer dans la somme précédente d'une part les termes macroscopiques expérimentaux des grandeurs concernant les sources, on obtient :

$$\sum_i \mathcal{L}_i = k' \left(\frac{B}{E s^{m+1}} \right)^2 \left(\frac{\tau_A^{m+1}}{\dot{a}_{\text{eff}}} \exp - \frac{U}{kT} \right)^2 \sum_i \frac{1}{\rho_i} \left(1 - \left(\frac{\tau_{oi}}{\tau_A} \right)^{m+1} \right)^2 \quad (8)$$

L'évaluation de l'expression $\sum_i \frac{1}{\rho_i} \left(1 - \left(\frac{\tau_{oi}}{\tau_A} \right)^{m+1} \right)^2$ impose la connaissance du nombre de sources caractérisées par ρ_i et τ_{oi} . Expérimentalement ce nombre est accessible par des expériences de fluage, la cission appliquée étant constante, ce qui permettrait d'évaluer la distance entre les points d'ancrage et de déterminer si les sources sont activées thermiquement. Transposé à l'essai de fluage, le calcul précédent est beaucoup plus commode et permet de prévoir une forme du début de la courbe déformation-temps analogue à celle qui a été observée par Van BUEREN (1959) dans le cas du Germanium.

Si les sources les plus importantes sont activées pour τ_{oi} tel que $\left(\frac{\tau_{oi}}{\tau_A} \right)^{m+1} \ll 1$, on peut s'attendre à ce que la densité de dislocation varie simplement comme $\left(\frac{\tau_A}{\dot{a}_{\text{eff}}} \exp - \frac{U}{kT} \right)^2$; cependant les résultats expérimentaux ne sont ni assez nombreux ni assez précis pour tenter une vérification de cette loi. Sans connaître le rôle exact des dislocations originelles dans la multiplication, il ne nous est guère possible d'appliquer le modèle proposé à des échantillons où la densité initiale N_0 n'est pas nulle. Dans ce cas HAASEN (1964) a prévu une variation de N avant la limite élastique supérieure proportionnelle à N_0 .

A côté de demi-boucles ou de boucles isolées, on observe des arrangements de deux demi-boucles ou plus dont le centre est apparemment "vide", en faisant l'hypothèse que les dislocations du



centre se sont rétractées sous l'action de la tension de ligne au cours du refroidissement de l'échantillon (SCHAFER, 1967). On remarque que ce phénomène pourrait expliquer le retrait de boucles de rayon R inférieur à R_0 . Un calcul approché montre que la cission de rappel créée par la tension de ligne varie comme $\frac{1}{R}$

$$\tau_R = \frac{\xi \mu_b}{R}$$

ξ est une fonction logarithmique de R variant lentement que nous assimilons à une constante. L'intégration de $dR = -v dt$, v étant la vitesse des dislocations donnée par la formule (1), permet d'obtenir le rayon limite R_0 des boucles qui disparaissent pendant le temps Δt nécessaire à la manipulation où l'on maintient l'échantillon à la température de l'essai

$$R_0 = \left[(\xi \mu_b)^m B \exp\left(-\frac{U}{kT}\right) \Delta t \right]^{\frac{1}{m+1}}$$

Le calcul montre que la valeur de R_0 , pour les températures de 800° et à fortiori pour 864° et 927° , est supérieure au millimètre, ce qui semble peu vraisemblable. En effet, les arrangements devraient atteindre des dimensions si importantes que l'on ne manquerait pas d'observer des interactions. Il est possible cependant que certaines boucles disparaissent sous l'action de la tension de ligne, mais l'existence éventuelle de parties situées hors du plan de glissement et d'un ancrage chimique s'oppose peut être à ce retrait spontané.

Le modèle précédent de source plane suppose qu'une partie importante des boucles soit parfaitement sessile et que les points d'ancrage de la partie glissile soient dans le même plan de glissement (fig. 16a). Il est intéressant de considérer la partie glissile comme non plane et les deux points d'ancrage dans des plans distincts parallèles au plan de glissement (PG) de G. Dans le cas le plus simple, l'arc glissile G est alors constitué de deux arcs AA' et BB' situés dans des plans parallèles à (PG) (Fig. 16b, 16c), le segment A'B' a pour plan de glissement (PG'). Ce segment A'B' est mobile dans un système de glissement moins activé, comme le montre le tableau V qui indique que les sources se développent dans des plans pour lesquels

la cisssion est maximum. L'existence d'une partie glissile hors du plan de glissement le mieux activé permet le développement de la source dans des plans de glissement distincts. L'arrangement est, en quelque sorte, constituée de deux sources à un point d'ancrage A et B jouant le rôle de pivots. Les deux sources sont reliées par le segment A'B' et, lorsque ce dernier émerge, les deux sources deviennent indépendantes. Les hypothèses précédentes permettent d'interpréter les topographies des arrangements où l'on observe que les boucles ou demi-boucles ne sont généralement pas parfaitement parallèles et semblent se couper ou se chevaucher, ce qui est incompatible avec une multiplication par sources planes. La topographie (11 $\bar{1}$) de la figure 15 montre, dans L III, des sources en volume bien développées qui illustrent bien le phénomène de sources se développant dans des plans différents. Ces sources sont situées dans des plans ($\bar{1}$ 11), leurs vecteurs de Burgers parallèles à [01 $\bar{1}$]. Pour ces sources les segments glissiles non parallèles à ($\bar{1}$ 11) se déplacent dans des plans (111) et constituent des dislocations à 60° s'ils sont parallèles aux directions [$\bar{1}$ 10] ou [10 $\bar{1}$]. Une confirmation des hypothèses précédentes peut être aussi apportée par un arrangement de L XI constitué par des demi-boucles de vecteur de Burgers parallèle à [10 $\bar{1}$] (topographie ($\bar{1}$ 11) de la figure 15). En effet, les parties à 60° de ces arrangements de zig-zag pourraient indiquer des parties semi-glissiles situées dans le plan (111) freinant la croissance des demi-boucles.

Dans le cas où la source produit un arrangement dans des plans parallèles autour de deux pivots, le calcul qui mène à la relation (8) n'est pas profondément modifié. Les topographies d'AUTHIER et LANG (1964) et les topographies obtenues au cours de cette étude montrant que les segments découpés par l'arrangement sur une droite passant par le pivot sont pratiquement égaux à ρ_i et qu'à un facteur géométrique près, la longueur de l'arrangement est celle d'une spirale d'Archimède. Si le nombre d'enroulements est supérieur à 5, cette longueur est, en première approximation, proportionnelle à $\frac{R_i^2}{\rho_i}$, ce qui est équivalent à la formule (7).

PATEL (1964) a montré que, pour un cristal de silicium contenant de l'oxygène (10^{17} à 10^{18} at/cm³) un traitement thermique

à 1000° C diminue considérablement l'amplitude du crochet de traction. Après avoir montré que ce phénomène n'est pas dû à une modification de la vitesse des dislocations, l'auteur a observé une multiplication moins homogène des dislocations lorsque l'essai de déformation est effectué directement que dans les cristaux ayant subi un traitement thermique. Les précipités d'oxygène observés joueraient donc un rôle important dans la multiplication. Le rôle de centre d'indentation joué par ces précipités de SiO_2 (ou de β SiC lorsque le carbone est plus abondant que l'oxygène) est donc certain. Des topographies effectuées sur un cristal ayant subi une précipitation à 900° avant la déformation nous ont permis d'observer une nucléation plus homogène des sources, mais le pouvoir séparateur ne nous a pas permis de relier les sources apparues à des précipités. Les précipités peuvent agir en émettant de petites boucles ou en créant un champ de contrainte supplémentaire qui favorise le mécanisme de source. La taille, la dureté et la nature des différents précipités devraient en préciser le rôle exact (FRIEDEL, 1964).

3.2 - Glissement dans les différents systèmes.

Si les sources sont constituées par des boucles originales ou produites par indentation, il est vraisemblable qu'il existe des sources ayant les douze vecteurs de Burgers possibles et si les distances entre les points d'ancrage peuvent varier d'un facteur 1 à 5, il est alors tout-à-fait probable que les sources soient activées dans plusieurs systèmes. Dans ce cas, seules interviennent la distribution des sources et la valeur de la contrainte résolue dans les différents systèmes de glissement.

Les explications précédentes montrent que l'activation de plusieurs systèmes de glissement est probable dès le début de la déformation. Il faut sans doute lier ce phénomène à la variation quasi-linéaire de v avec τ responsable de la limite élastique supérieure très marquée, permettant à la cisssion de varier dans un intervalle contenant plusieurs fois la contrainte critique d'activation des plus grandes sources.

Les conditions de traction, même si leurs effets sont moins nets que dans les expériences de McCURONE (1967) sur des mono-

cristaux d'aluminium, imposent certainement l'activation de plusieurs systèmes de glissement. En effet, un glissement dans le système primaire seul produit une translation des extrémités de l'éprouvette dans la direction du glissement, or cette direction n'est pas confondue avec la direction de déformation imposée, parallèle à l'axe de l'éprouvette. Dans le cas où ni la translation des têtes de l'éprouvette dans des plans perpendiculaires à l'axe de traction, ni la rotation des têtes n'est permise, la nécessité "d'accomoder" le glissement primaire avec la déformation imposée est évidente.

A partir des résultats du tableau V nous avons tenté d'évaluer les projections des glissements des différents systèmes sur trois axes de vecteurs unitaires orthogonaux $\vec{\gamma}$, $\vec{\delta}$, $\vec{\epsilon}$, $\vec{\gamma}$ étant parallèle à $[111]$ et $\vec{\epsilon}$ à $[21\bar{3}]$; les résultats sont rassemblés dans le tableau VI. Le sens des projections dans les différents systèmes est déterminé en supposant que la projection de tout glissement suivant l'axe de traction a le signe plus. La projection du glissement total suivant $[111]$ n'est pas significativement différente de zéro, par contre la projection suivant $\vec{\delta}$ a toujours le même signe et son amplitude est environ la moitié de la projection suivant $\vec{\epsilon}$. Ceci pourrait indiquer un défaut de contact échantillon-

TABLEAU VI

Projection sur $\vec{\gamma}$, $\vec{\delta}$, $\vec{\epsilon}$ des glissements ($X \frac{b}{r}$) suivant les directions $\langle 110 \rangle$.

Direction de glissement Direction de projection		01 $\bar{1}$	110	101	10 $\bar{1}$	011	1 $\bar{1}$ 0	Σ
L XI	$\vec{\epsilon}$	+4,38	0,23	0	0,94	0,13	0,16	5,84
	$\vec{\gamma}$	0	0,34	0	0	-0,28	0	0,06
	$\vec{\delta}$	-3,79	-0,04	0	0,32	0,15	0,84	-2,52
L III	$\vec{\epsilon}$	15,10	0,82	0	0,02	0,68	0,33	16,95
	$\vec{\gamma}$	0	1,18	0	0	-1,48	0	-0,30
	$\vec{\delta}$	-13,08	-0,15	0	0,008	1,79	1,73	-9,70

-mors important pour les deux éprouvettes L III et L XI. De toutes façons la tentative précédente pour mesurer la déformation suivant $\vec{\gamma}$, $\vec{\delta}$, $\vec{\epsilon}$ n'a pas la prétention d'une grande précision et souffre de toutes les limitations énoncées précédemment (2.2.2.1). Les résultats des tractions interrompues discutés ici ne permettent pas d'obtenir une idée de la répartition des sources dans les différents systèmes ; l'essai de fluage où la cission statique peut être choisie aussi petite que l'on veut permet certainement un glissement simple, à condition toutefois que soient observées certaines précautions expérimentales analogues, par exemple, à celles que prennent BERNER et ALEXANDER (1967) en effectuant une lubrification avec MoS_2 susceptible de rendre "compatible" la déformation imposée avec le glissement simple.

C O N C L U S I O N

Bien avant la limite élastique macroscopique supérieure apparaissent des dislocations dont la répartition est très hétérogène le long de l'échantillon. Les arrangements de dislocations suggèrent immédiatement une multiplication par sources de Frank-Read. Les épaules de l'éprouvette et leur voisinage sont le siège de déformations importantes et complexes qu'il est pratiquement impossible de reproduire d'un essai à l'autre. Ce phénomène lié à l'imperfection géométrique du contact échantillon-mors affecte considérablement la vitesse de déformation imposée à l'échantillon. Il est nécessaire de définir une vitesse de déformation effective pour expliquer la dispersion apparente des limites élastiques supérieures obtenues.

Dès le début de la déformation, plusieurs systèmes de glissement sont activés. L'intervalle de variation de la contrainte et la dispersion des distances entre points d'ancrage des sources permet la multiplication de dislocations dont le vecteur de Burgers n'est pas parallèle à la direction de glissement du système primaire. Pour une direction de glissement donnée, l'activation des sources s'effectue dans le plan pour lequel le facteur de Schmid est maximum ; seule une direction de vecteur de Burgers n'est pas observée.

Les sources voisines de la surface de l'échantillon sont celles dont l'activation est le plus fréquemment observée, cependant les topographies ont mis en évidence sans ambiguïté des arrangements produits par des sources situées dans le volume de l'échantillon. Ces sources sont trop petites pour être décelées sur les topographies avant déformation ; vraisemblablement ces sources sont constituées

par des petites boucles de dislocations comportant des parties sessiles constituant les points d'ancrage nécessaires à assurer le processus de multiplication. Les arrangements observés présentent parfois un aspect inattendu : des images d'intersection de dislocations d'un même arrangement, incompatibles avec une multiplication par sources planes, indiquent que certains arrangements peuvent se développer dans plus d'un plan réticulaire, les différentes parties glissiles étant alors reliées par des segments mobiles dans le plan de glissement dévié. L'existence probable de parties sessiles en s'opposant à la disparition de petites boucles au cours du refroidissement en fin d'élaboration du monocristal favorise sans doute la nature originelle des sources.

Le rôle des impuretés, oxygène et carbone, dans la multiplication n'a pas pu être précisé ; des précipités dont les topographies suggèrent un champ de déplacement à symétrie sphérique sont très nettement visibles, mais la façon dont agissent ces centres d'indentation n'a pu être ni observée, en raison du pouvoir séparateur de la méthode, ni prévue en raison de l'ignorance de la nature chimique exacte des effets de taille et des effets élastiques des différents précipités.

Pour un échantillon initialement sans dislocations, le mécanisme de multiplication observé se traduit, avant la limite élastique supérieure, par une variation de la densité de dislocation :

$$\left(\frac{\tau^{m+1}}{\tau_{\text{eff}}} \exp - \frac{U}{kT} \right)^2 \sum \frac{1}{\rho_i} \left[1 - \left(\frac{\tau_{oi}}{\tau} \right)^{m+1} \right]^2$$

L'indice i se rapporte aux différentes sources activées pour des cisssions $\tau_{oi} < \tau$, ρ_i étant la distance entre deux boucles issues d'une même source.

Les valeurs de τ_{oi} et ρ_i sont susceptibles d'être obtenues par des expériences de fluage qui, avec la comparaison de la multiplication dans des cristaux sans et avec dislocations originelles, nous semblent complémentaires de cette étude.

LEGENDES DES FIGURES

- Figure 1 : L'éprouvette : forme, dimension, position dans les mors.
- Figure 2 : Mesure de la déformation propre de la machine en fonction de la charge.
- Figure 3 : Photographie de l'ensemble constitué par la machine de traction et ses accessoires.
- Figure 4 : Courbe de traction enregistrée au cours de l'essai sur l'échantillon L I tiré à $T = 864^{\circ}\text{C}$ avec une vitesse d'entraînement $\dot{a} = 125 \mu\text{m/mn}$.
- Figure 5 : Importance des différentes déformations relatives à la traction de LI.

courbe 1 - déformation élastique de la partie utile de l'échantillon.

courbe 2 - déformation élastique de la machine

courbe 3 - somme des déformations représentées par les courbes 1 et 2.

courbe 4 - courbe enregistrée au cours de l'essai.

L'axe des abscisses est l'axe de temps ou du déplacement de la vis d'entraînement puisque $\frac{d\dot{a}}{dF} = 0$.

La différence entre les abscisses des points de même ordonnée des courbes 3 et 4 représente la déformation parasite $\Delta \ell_p$.

- Figure 6 : Schéma de principe de la méthode de Lang.
- Figure 7 : Dispositif de rotation de l'échantillon autour d'un axe horizontal, installé sur un diffractographe AUTHIER-RIMSKI (fabrication Compagnie Générale de Radiologie).
- Figure 8 : Projection stéréographique des éprouvettes utilisées.
- Figure 9 : Topographies ($2\bar{2}0$) effectuées sur le cristal C III avant et après un chauffage de 3 heures à 746°C . On observe une précipitation préférentielle sur les dislocations.
- Figure 10 : Topographies ($2\bar{2}0$) et ($11\bar{1}$) effectuées sur l'échantillon L V après traction interrompue à $\tau_A = 1 \text{ kg/mm}^2$ et chauffage

de 1 heure à 927°C.

On observe des précipités présentant une ligne de non contraste perpendiculaire aux vecteurs diffraction.

Figure 11 : Topographies $(2\bar{2}0)$ effectuées après tractions interrompues au voisinage de $\frac{\sigma_s}{2}$ (6,2 - 3,9 - 1,0 kg mm⁻²) sur les échantillons L XI, L III et L V déformés à 800° C, 864° C et 927°C.

Figure 12 : Variation de la densité de dislocation le long des échantillons L XI, L III et L V après essai.

Figure 13 : Dessin des dislocations observées dans une zone caractéristique de L III situé dans la moitié droite de l'échantillon pour $\frac{x}{l} \in [1,5 - 5,5]$

Topographies $(\bar{1}11)$, $(11\bar{1})$ et $(1\bar{1}1)$ de la zone étudiée.

Figure 14 : Position des différentes directions $\langle 110 \rangle$ et plans $\{111\}$ par rapport aux faces de l'échantillon.

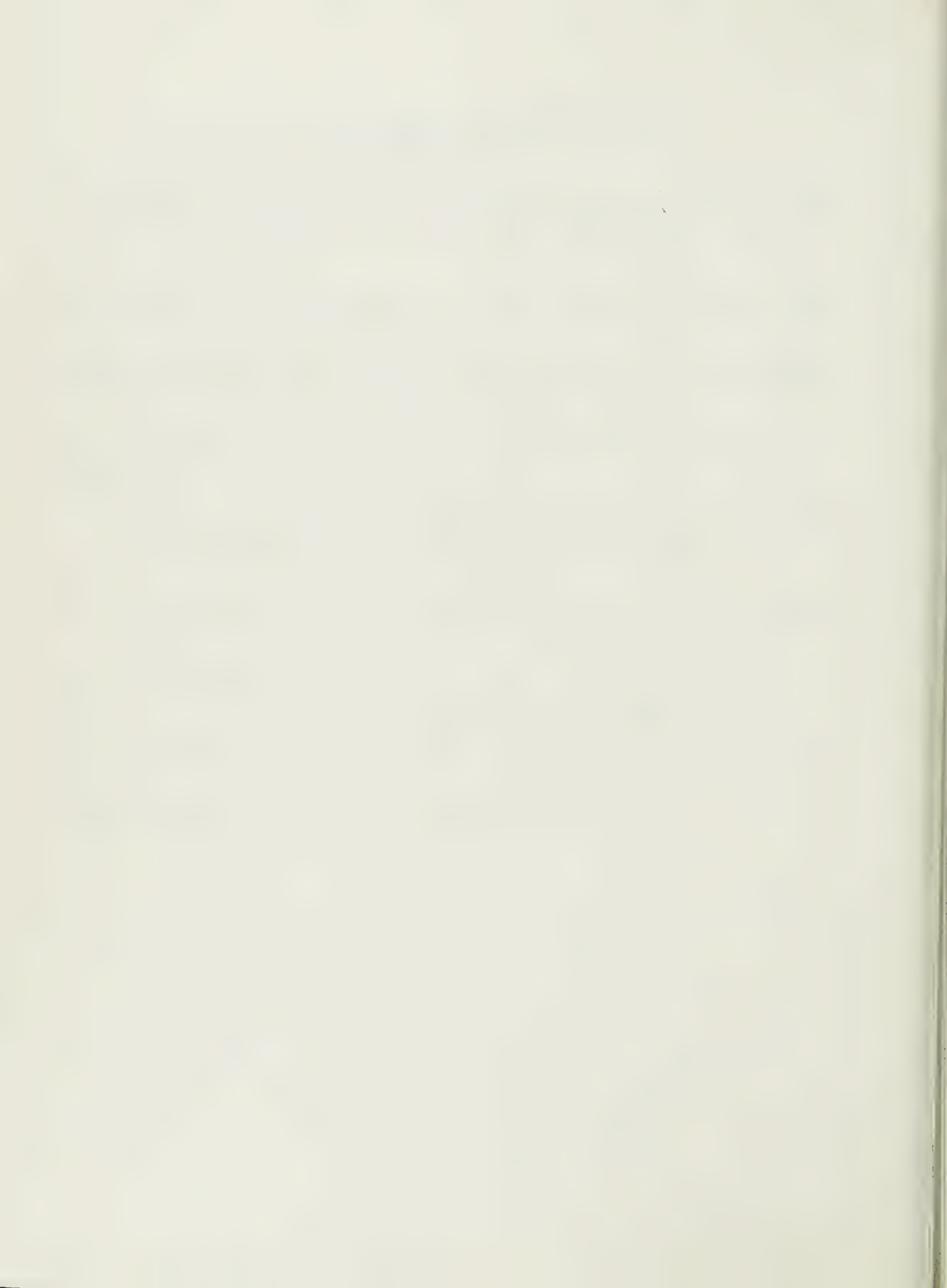
Sens et vecteur de Burgers de la boucle D4 située dans $(11\bar{1})$ de vecteur de Burgers parallèle à $[\bar{1}10]$

Figure 15 : - topographie $(11\bar{1})$ effectuée sur L III présentant des arrangements de dislocations situés dans le volume.

- topographie $(\bar{1}11)$ présentant des arrangements dont les côtés sont en zig-zag.

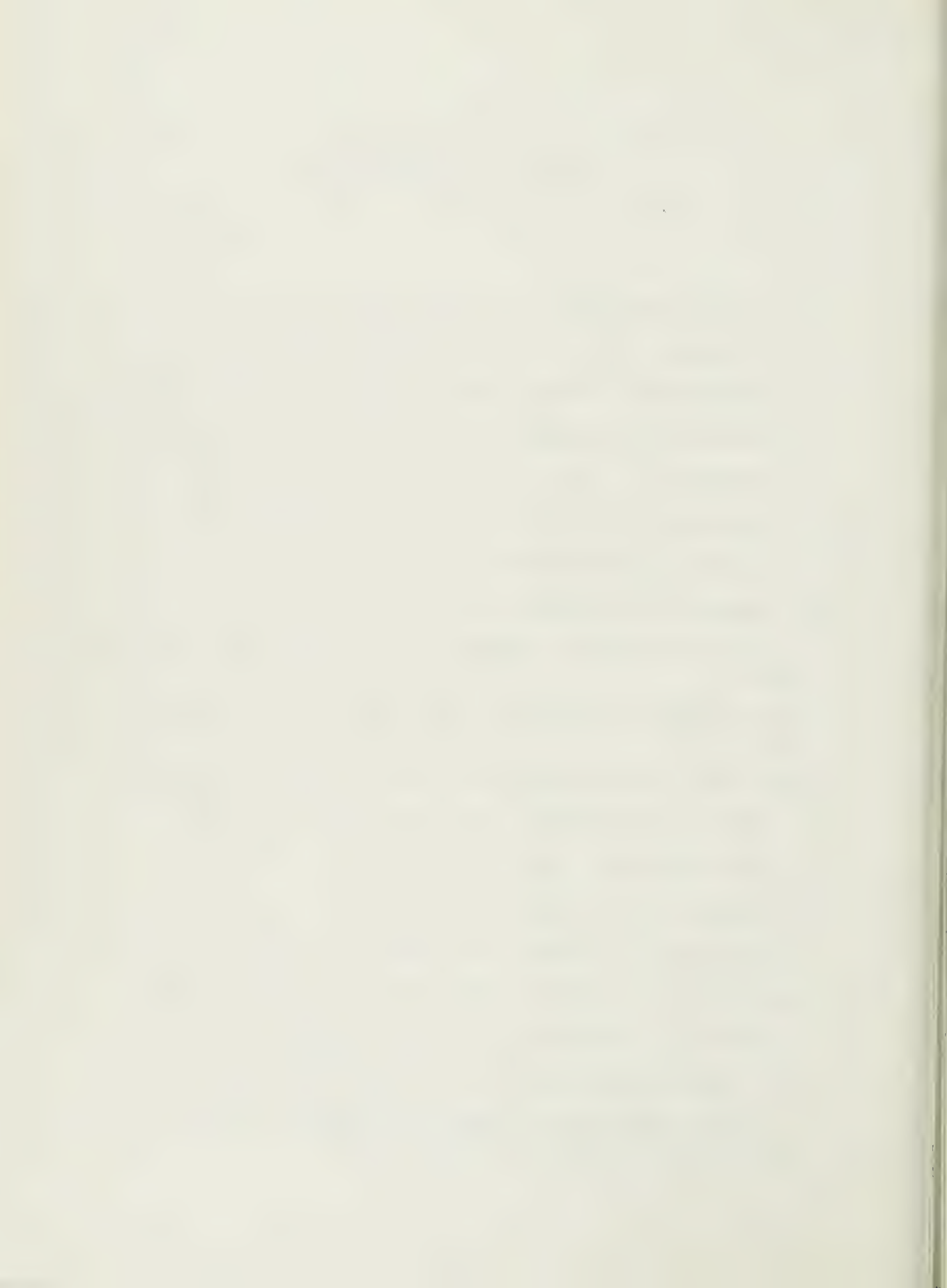
Figure 16 : a) Source dont les points d'ancrage sont dans le même plan de glissement.

b et c) Sources se développant dans des plans parallèles.



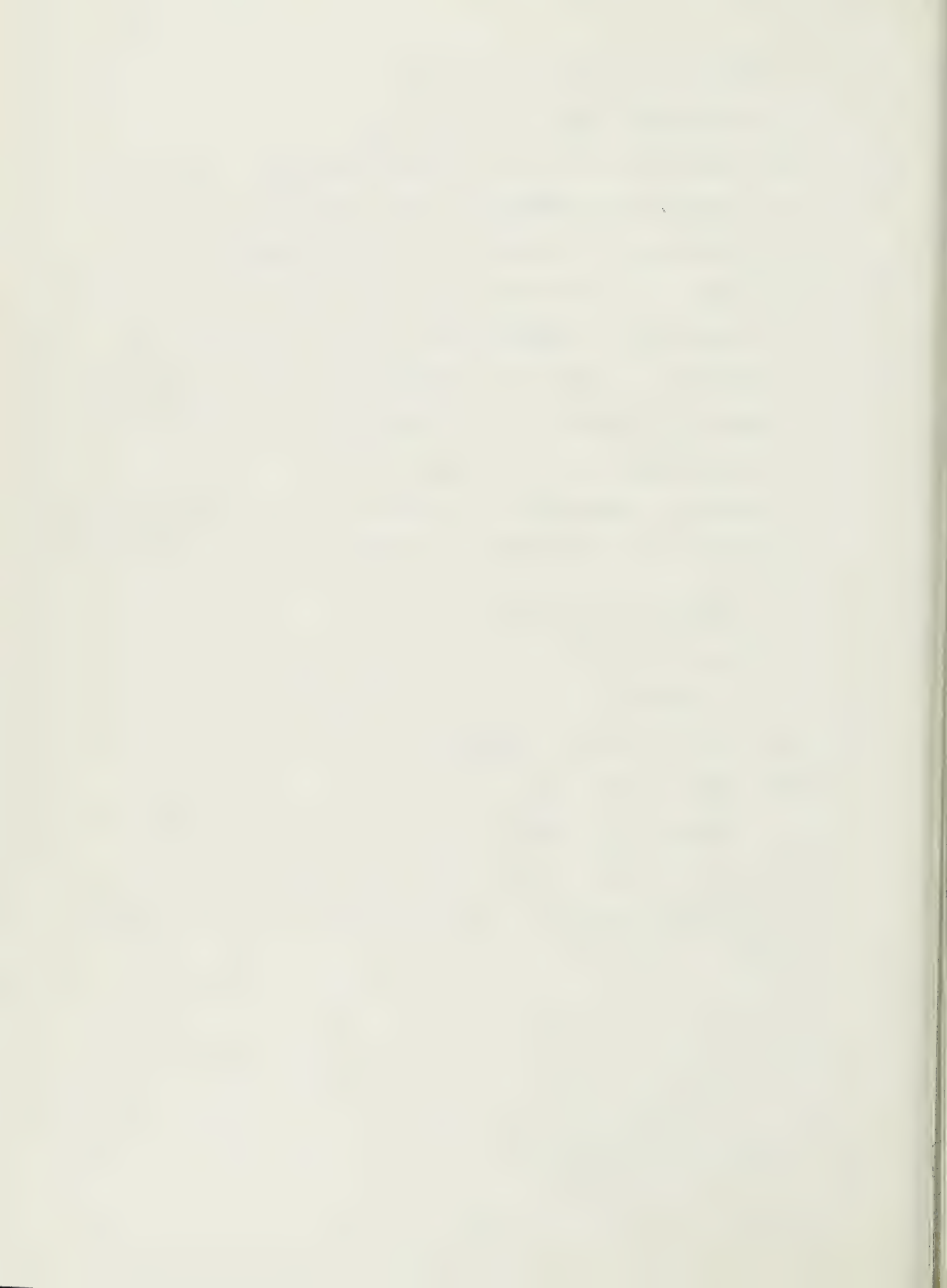
B I B L I O G R A P H I E

- T. ABE et S. MARUYAMA, Jap. J. Appl. Phys., 5, 979 (1966)
- M.S. ABRAHAMS, Trans. Met. Soc. AIME, 230, 888 (1964)
- H. ALEXANDER et P. HAASEN, Canad. J. Phys., 45, 1202 (1967)
- A. AUTHIER, Cours professé à l'Ecole d'Eté de Gand (Belgique), 1965
- A. AUTHIER et A.R. LANG, J. Appl. Phys., 35, 1956 (1964)
- A. BACCHIEGA et P. GONDI, Nuovo Cimento, 31, 929 (1964)
- R.L. BELL et W. BONFIELD, Phil. Mag., 97, 9 (1964)
- K. BERNER et H. ALEXANDER, Acta Met., 15, 933 (1967)
- V. CELLI, M. KABLER, T. NINOMYIA et R. THOMSON, Phys. Rev., 131, 58 (1963)
- A.R. CHAUDHURI, J.R. PATEL et L.G. RUBIN, J. Appl. Phys., 33, 2737 (1962)
- Hung CHING et Yeh E. CHENG, Acta Phys. Sinica, 21, 1968 (1965)
- W. CZAJA et J.R. PATEL, J. Appl. Phys., 36, 1476 (1965)
- D. DEW HUGUES, Phil. Mag., 7, 1957 (1962)
- R. DEWIT, Acta Met., 13, 1210 (1965)
- L. FIERMANS et J. VENNIK, Phys. Stat. Sol., 12, 277 (1965)
- L. FIERMANS et J. VENNIK, Phys. Stat. Sol., 22, 463 (1967)
- J. FOCT et G. CHAMPIER, C.R. Acad. Sci., 263, 908 (1966)
- F.C. FRANK et W.T. READ, Phys. Rev., 79, 722 (1950)
- J. FRIEDEL, Electron Microscopy and Strength of Crystals, p. 616, Edité par G. Thomas et J. WHasburn (1961)



- J. FRIEDEL, Dislocations. Pergamon Press (1964)
- H.L. FRISCH et J.R. PATEL, Phys. Rev. Let., 18, 784 (1967)
- K. FURUSHO, Jap. J. Appl. Phys., 2, 585 (1963)
- K. FURUSHO, Jap. J. Appl. Phys., 3, 203 (1964)
- C.J. GALLAGHER, Phys. Rev., 88, 721 (1952)
- V. GEROLD et F. MEIER, Direct observation of Imperfections in Crystals, p. 109, édité par J.B. Newkirk et J.H. Wernick (1962)
- V.G. GOVORKOV, Soviet Phys. Crystallography, 6, 634 (1962)
- V.G. GOVORKOV, Yu V. MALOV, V.I. NIKITENKO et I.S. SMIRNOVA, Sov. Phys. Crystallography, 16, 235 (1966)
- L. GRAF, H.R. LACOUR et K. SEILLER, Z. Metallk., 44, 113 (1953)
- P. HAASEN, Z. Phys., 167, 461 (1962)
- P. HAASEN, Festkörperprobleme, 3, 67 (1964)
- P. HAASEN, Journal de Physique, C3, 30 (1966)
- J. HORNSTRA, J. Phys. Chem. Sol., 5, 129 (1958)
- W.G. JOHNSTON, J. Appl. Phys., 33, 2716 (1962)
- W.G. JOHNSTON et J.J. GILMAN, J. Appl. Phys., 30, 129 (1959)
- M.N. KABLER, Phys. Rev., 131, 54 (1963)
- W. KAISER, Phys. Rev., 105, 1751 (1957)
- R. LABUSCH, Phys. Stat. Sol., 10, 645 (1965)
- A.R. LANG, Acta Met., 30, 1748 (1957)
- A.R. LANG, J. Appl. Phys., 29, 597 (1958)
- A.R. LANG, J. Appl. Phys., 30, 1748 (1959)
- R.A. LOGAN et A.J. PETERS, J. Appl. Phys., 28, 1419 (1957)
- R.K. McCRONE, J. Appl. Phys., 38, 705 (1967)
- F.R.N. NABARRO, Theory of Crystal dislocations. Clarendon Press, (1967)

- D. NEUBERT, Acta Met., 15, 1359 (1967)
- E. OROWAN, Proc. Phys. Soc., 52, 8 (1940)
- J.R. PATEL, Discussions of the Faraday Soc., 38, 201 (1964)
- J.R. PATEL et B.W. BATTERMAN, J. Appl. Phys., 34, 2716 (1963)
- J.R. PATEL et A.R. CHAUDHURI, J. Appl. Phys., 34, 2788 (1963)
- J.R. PATEL et A.R. CHAUDHURI, Phys. Rev., 143, 601 (1966)
- J.R. PATEL et P.E. FREELAND, Phys. Rev. Let., 18, 833 (1967)
- E. PEISSKER, P. HAASEN et H. ALEXANDER, Phil. Mag., 7, 1279 (1962)
- R. REPPICH, P. HAASEN et B. ILSCHNER, Acta Met., 12, 1283 (1964)
- S. SCHAFER, Phys. Stat. Sol., 19, 297 (1967)
- S. SCHAFER, H. ALEXANDER et P. HAASEN, Phys. Stat. Sol., 5, 247 (1964)
- W. SCHROTER, H.A. ALEXANDER et P. HAASEN, Phys. Stat. Sol., 7, 983 (1964)
- I.L. SHULPINA, Communication privée (1965)
- T. SUZUKI et H. KOJIMA, Acta Met., 14, 913 (1966)
- W.P. SYLWESTROWICZ, Phil. Mag., 7, 1825 (1962)
- R.G. TREUTING, Trans. AIME, 203, 1027 (1955)
- VAN BUEREN, Physica, 25, 775 (1959)
- J.J. WORTMAN et R.A. EVANS, J. Appl. Phys., 36, 153 (1965)
- T. YAMASHITA, JAp. J. Appl. Phys., 3, 503 (1964)
- U. ZELBSTSTEIN, Technique et utilisation des jauges de contrainte. (1956) édité par Dunod.



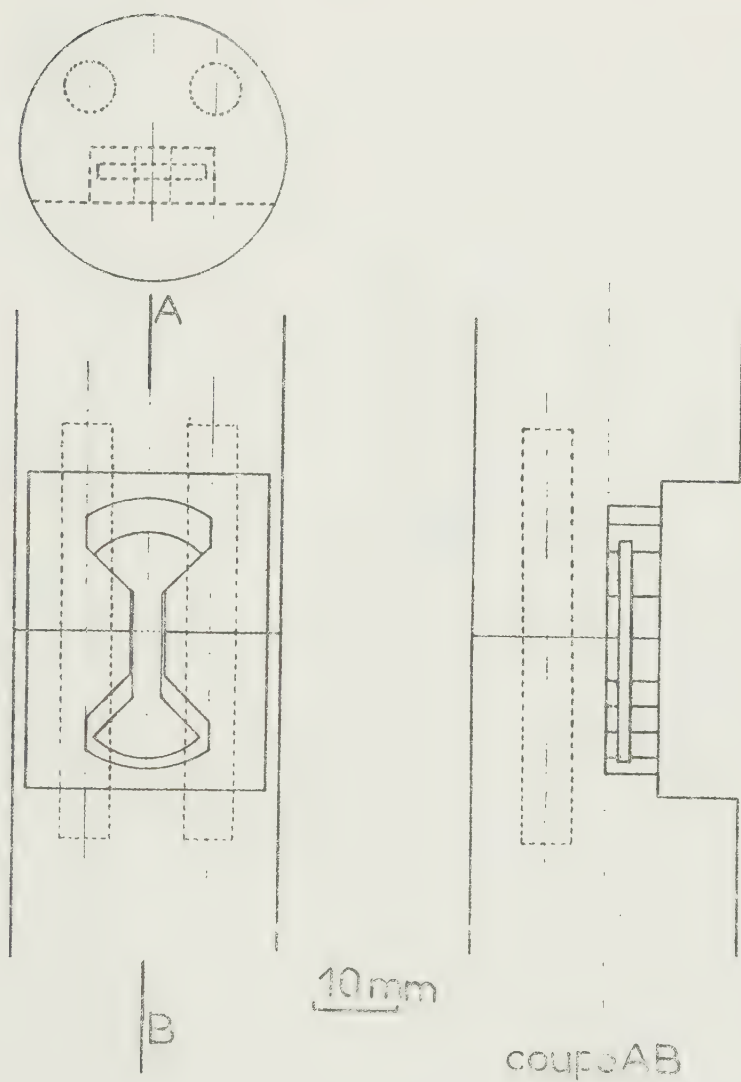


Fig. 1



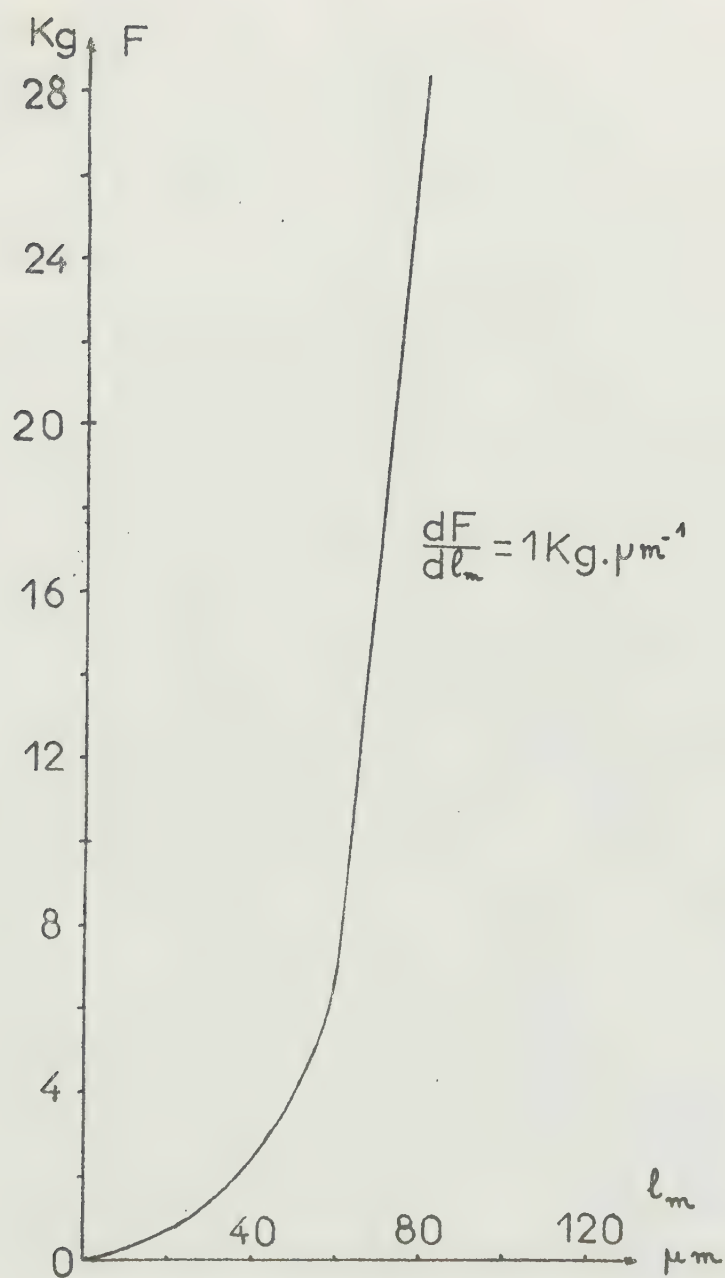


Fig. 2



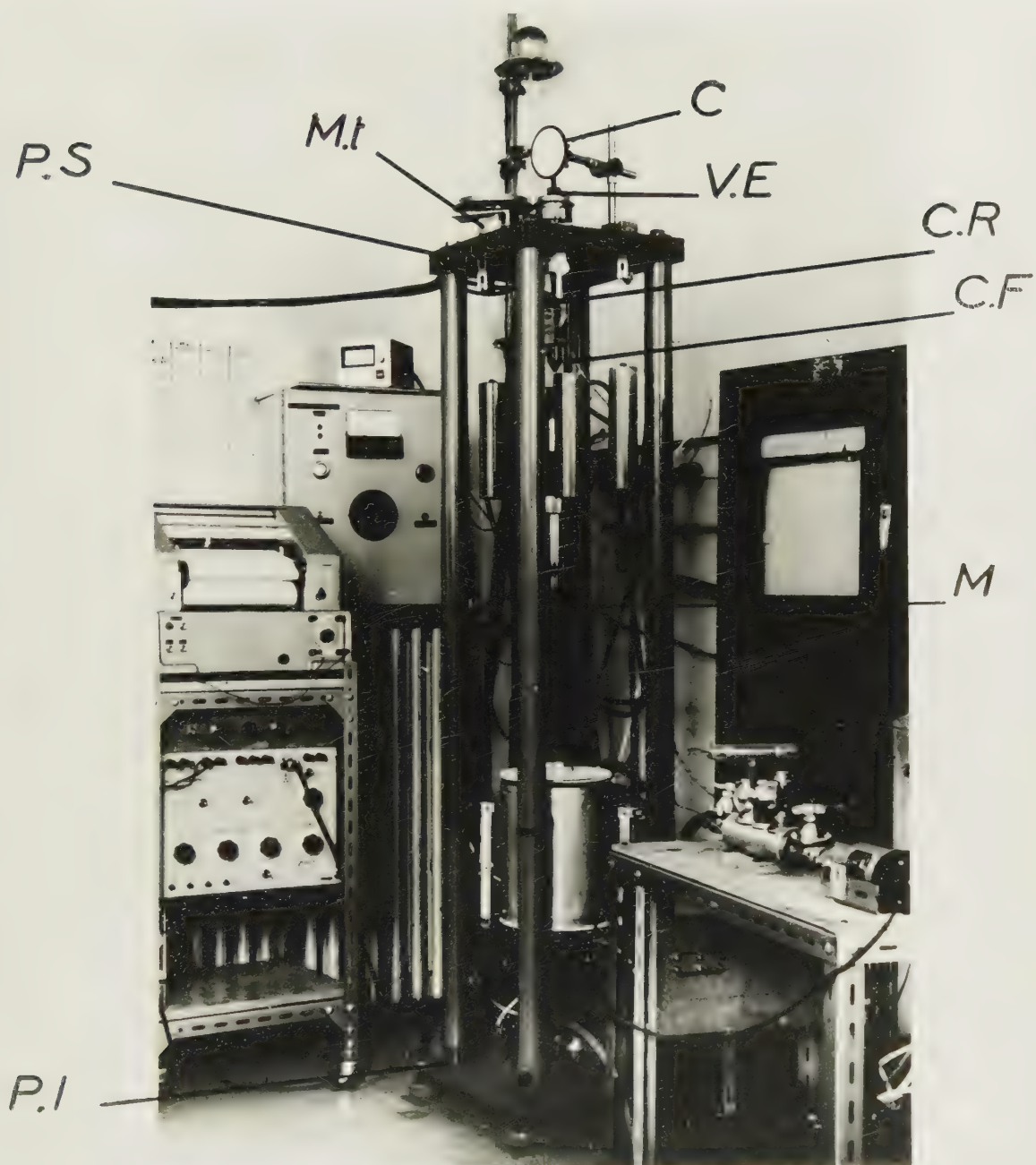


Fig. 3

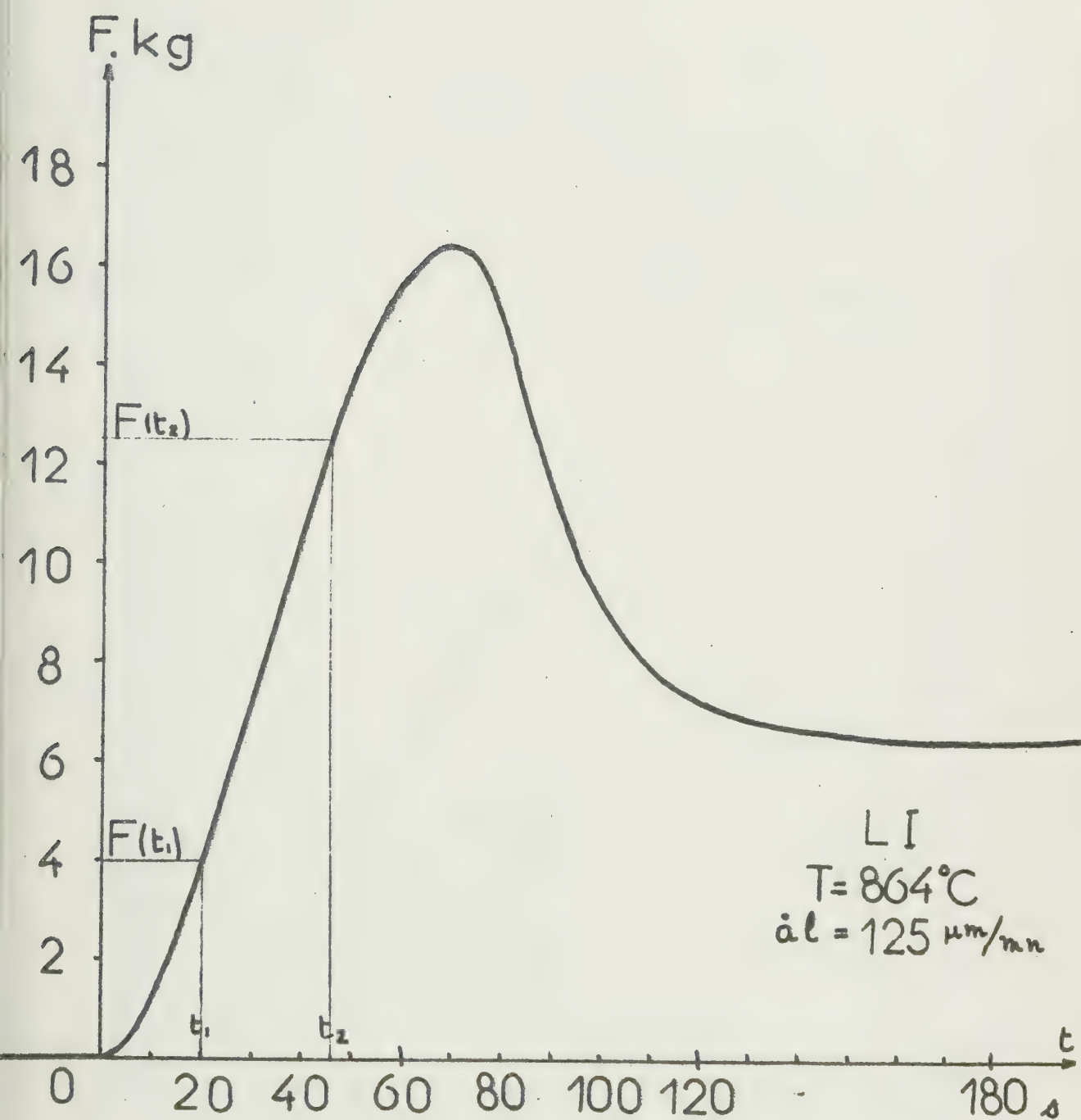


Fig. 4

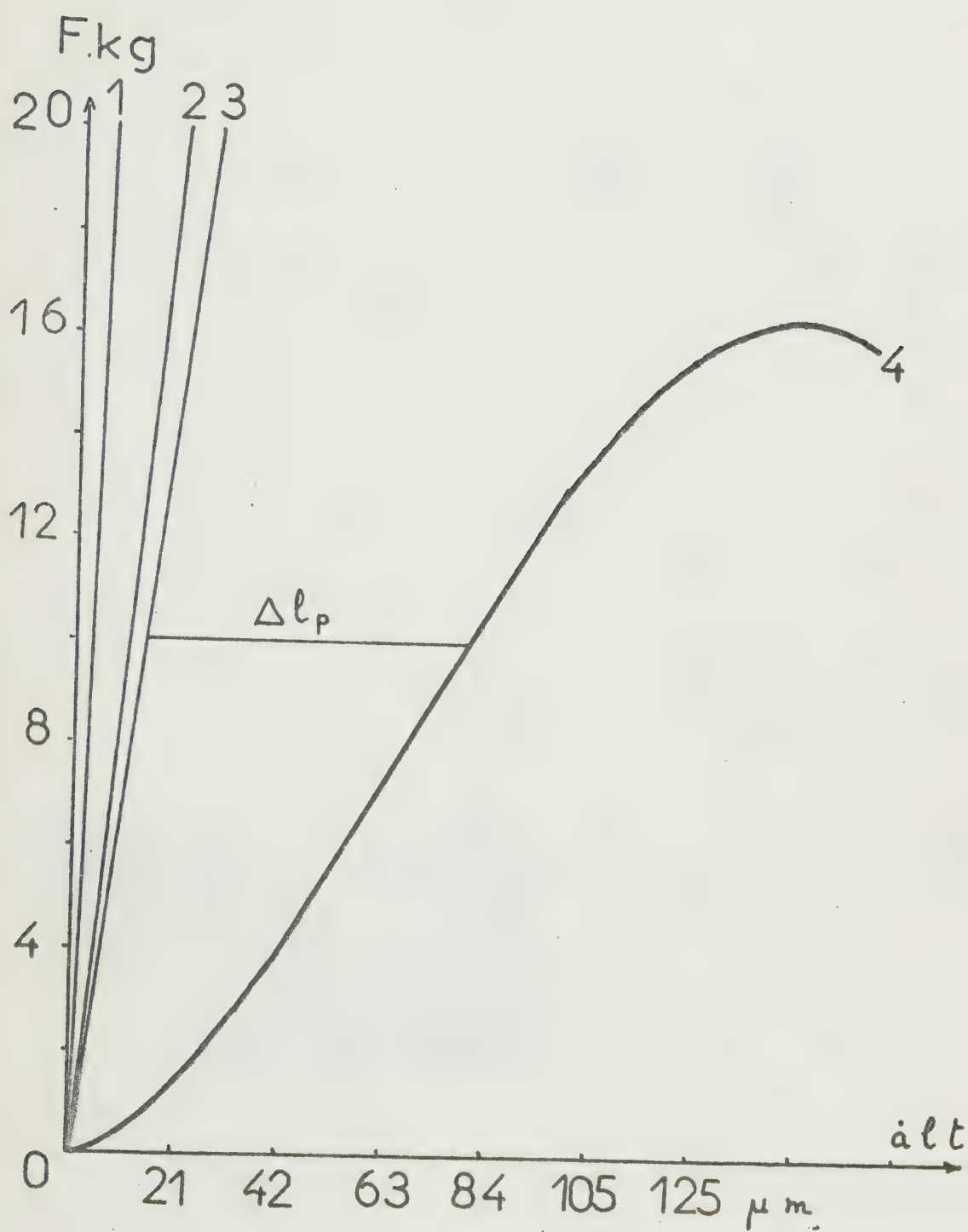
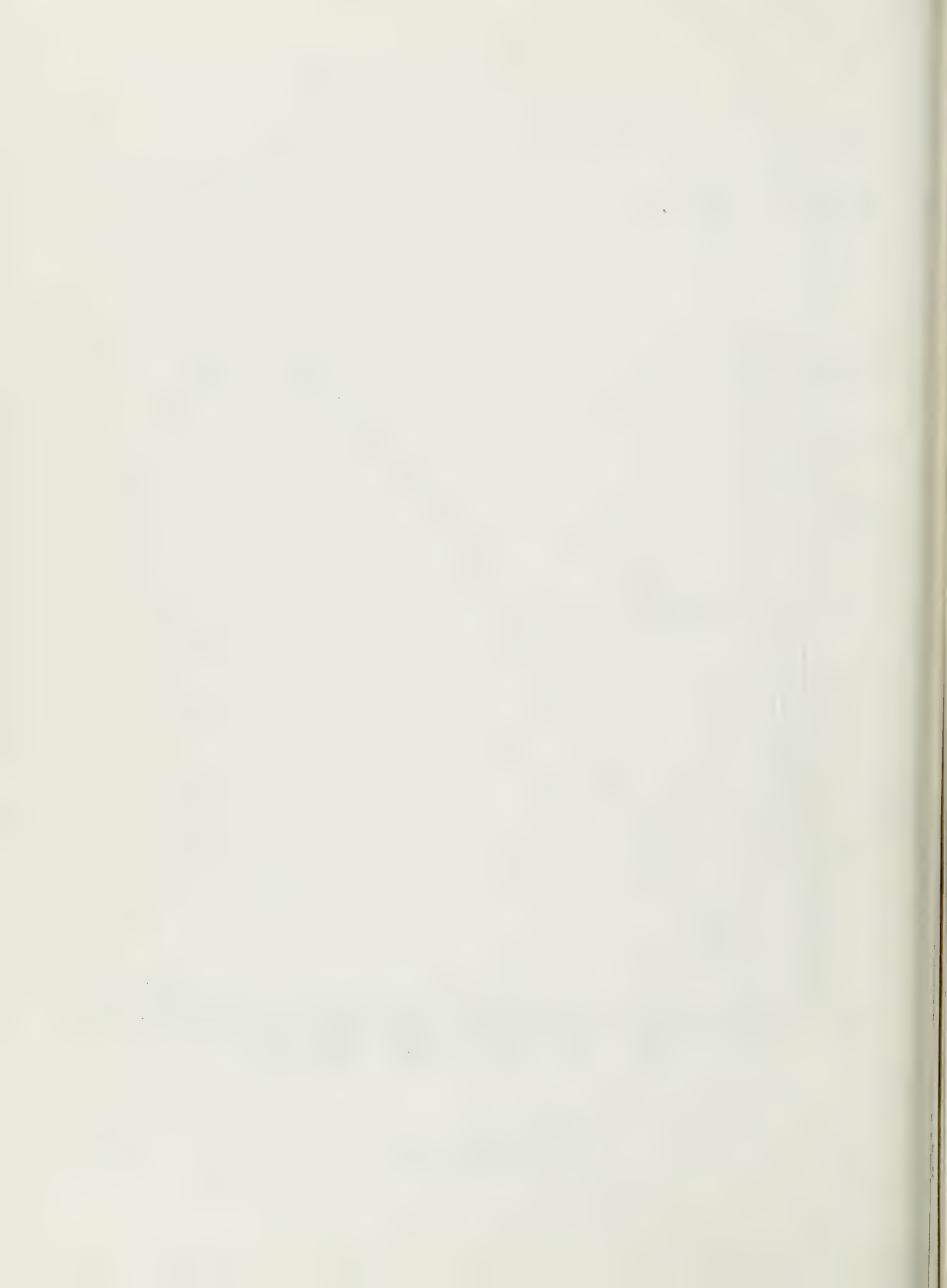


Fig. 5



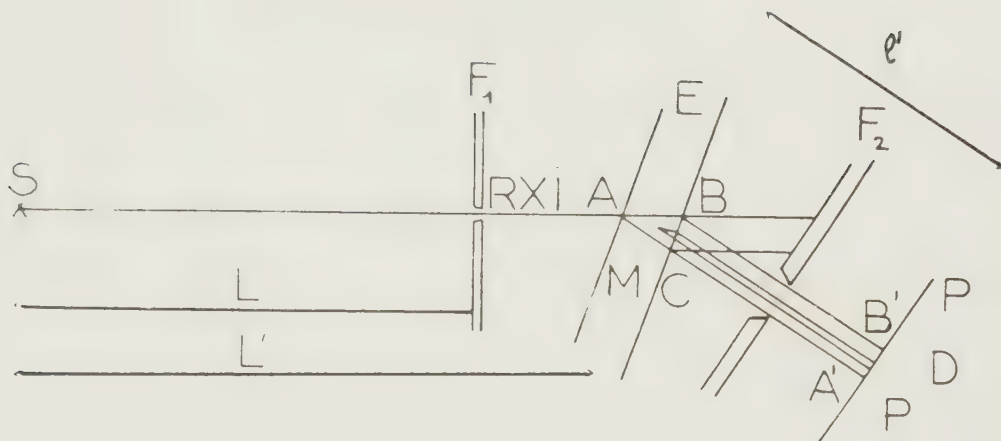


Fig. 6

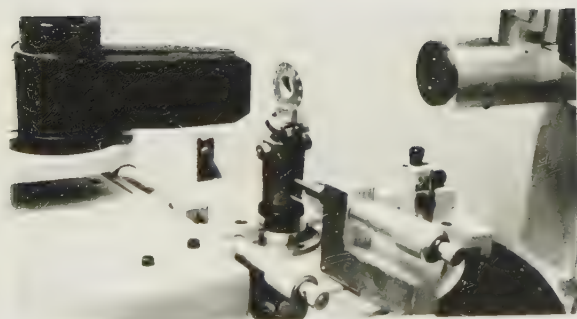


Fig. 7

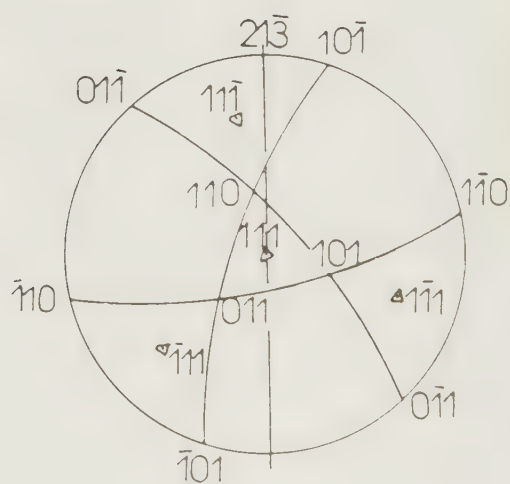


Fig. 8



Fig. 9

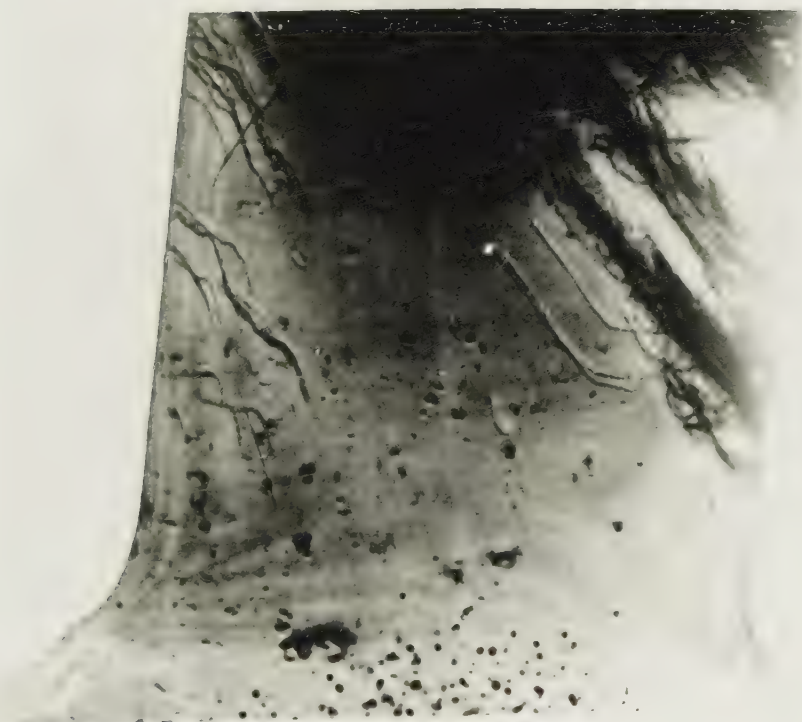
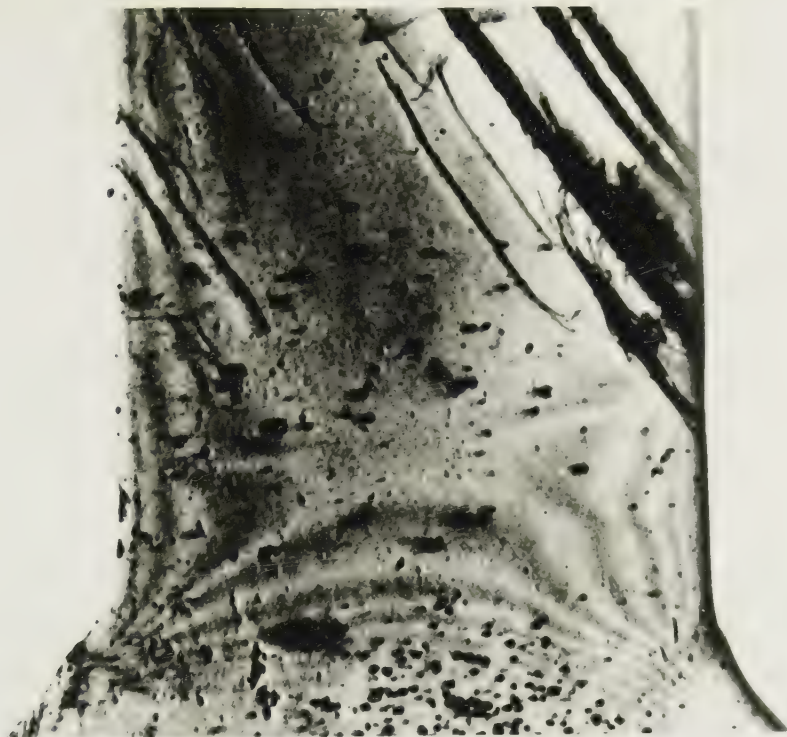


Fig. 10

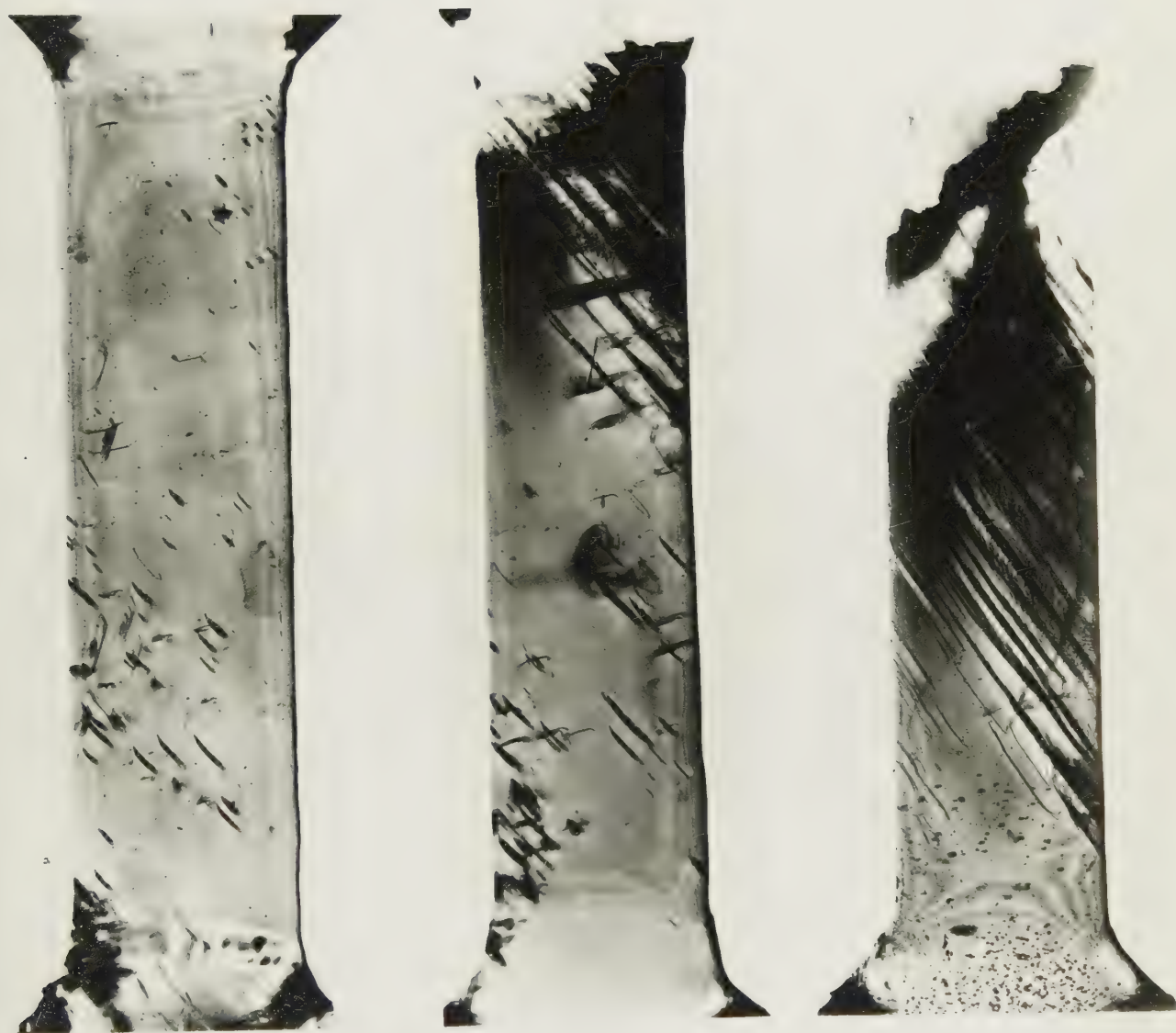


Fig.11

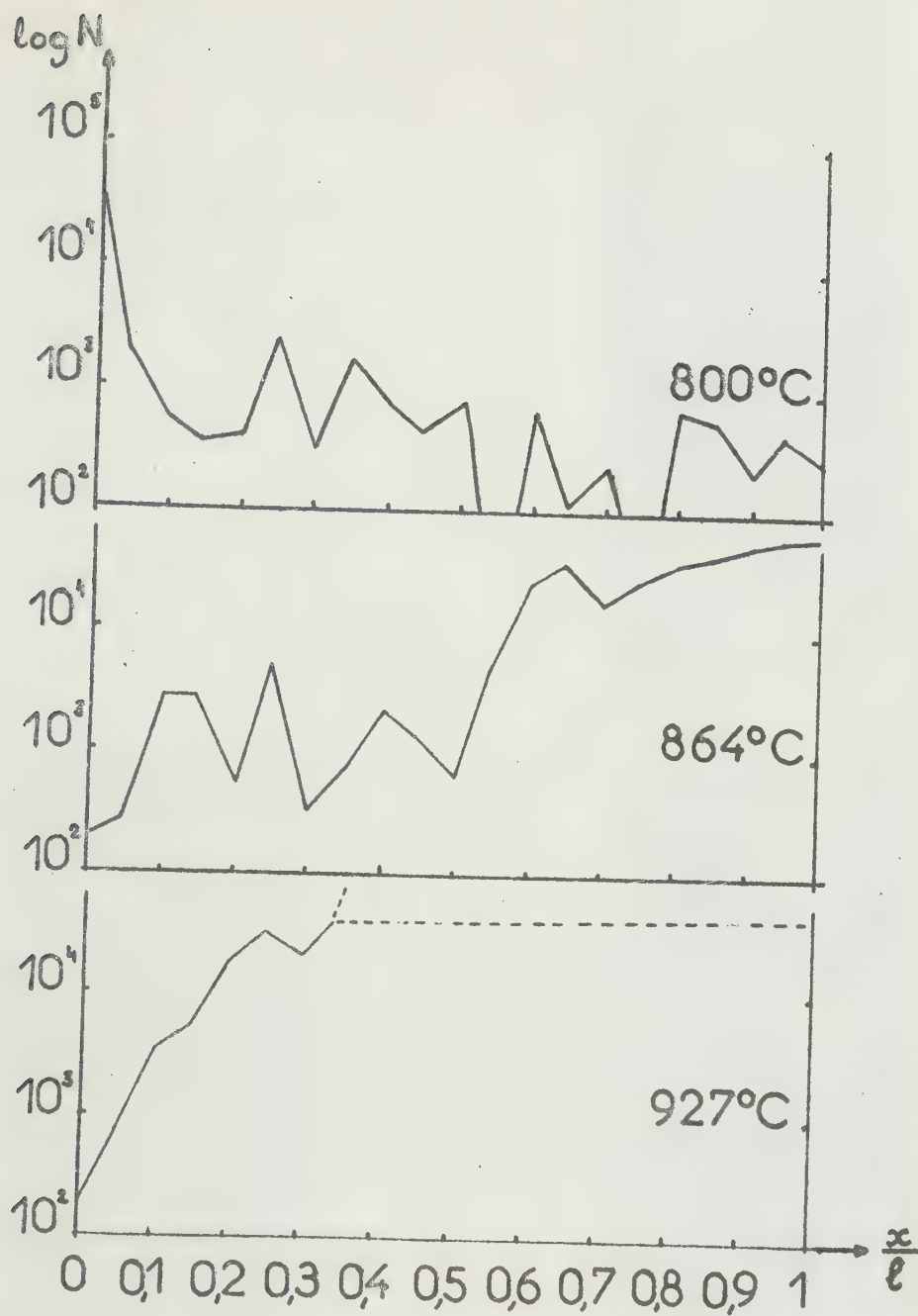
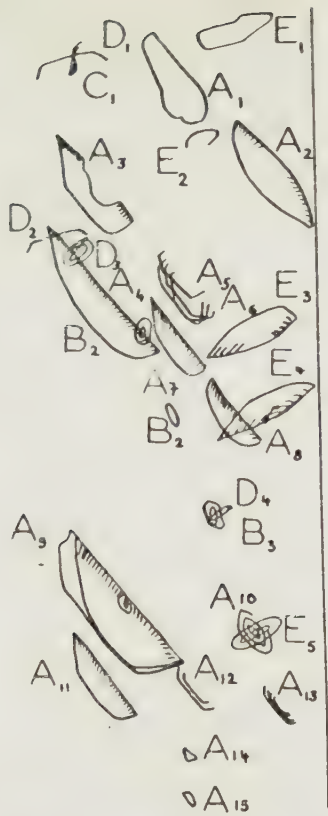


Fig. 12



X 21

Fig. 13

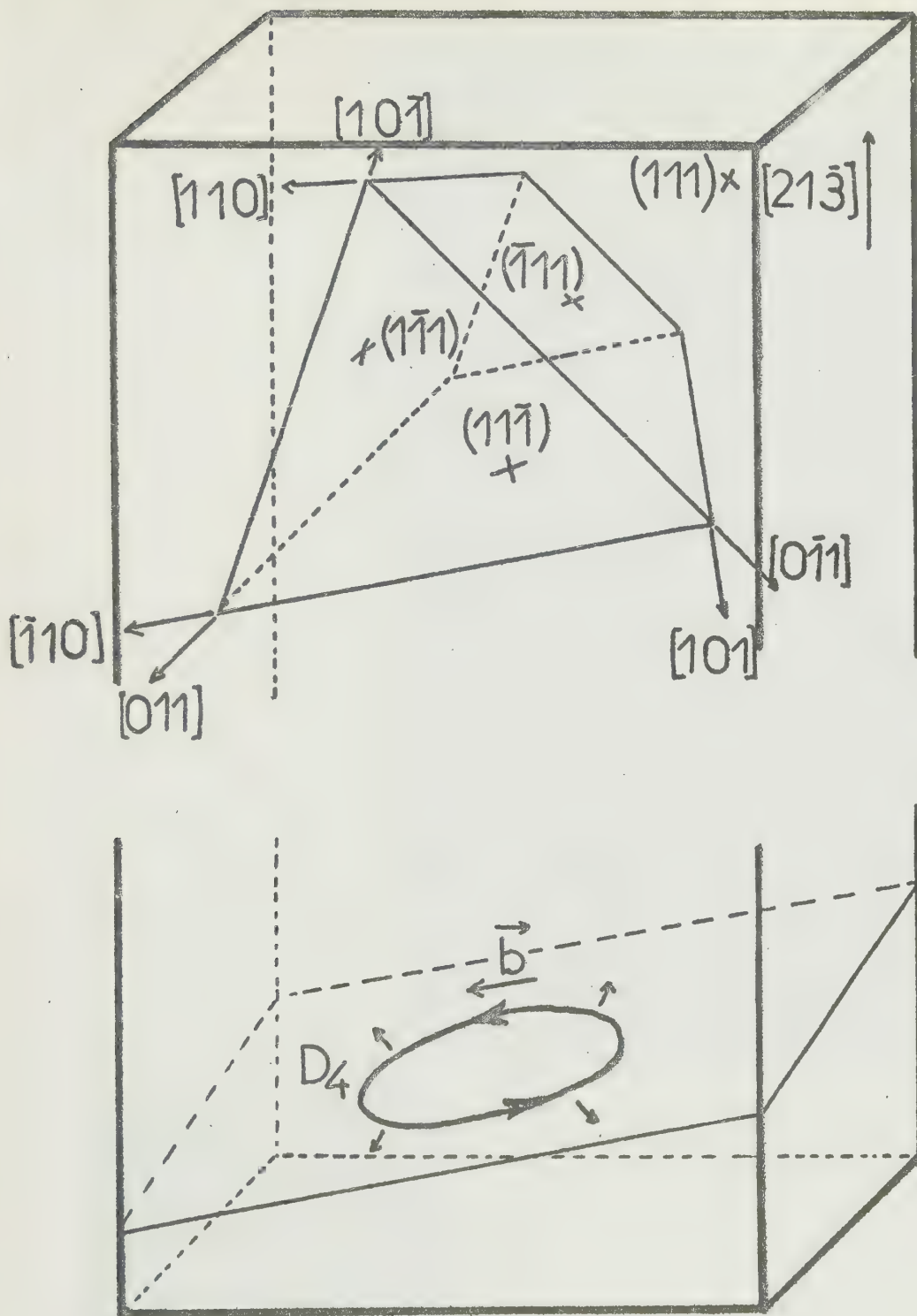


Fig. 14





$L III (11\bar{1}) \times 85$



$L XI (\bar{1}11) \times 83$

Fig. 15

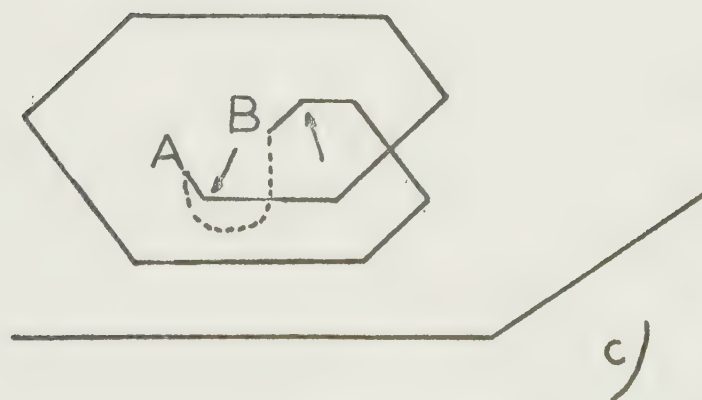
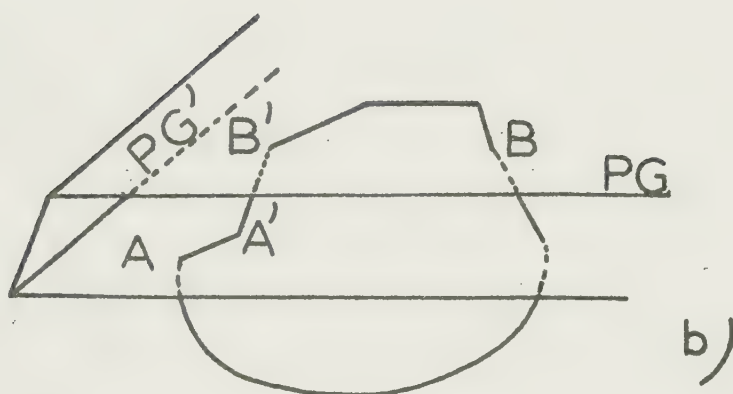
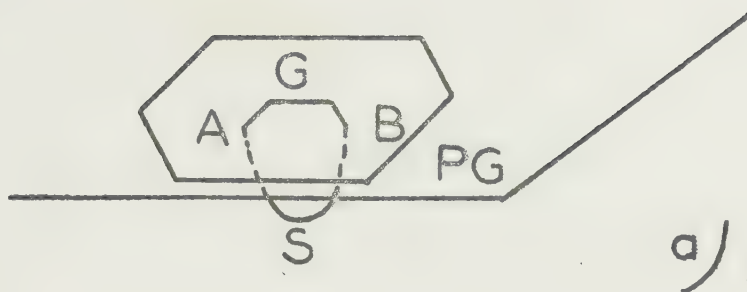
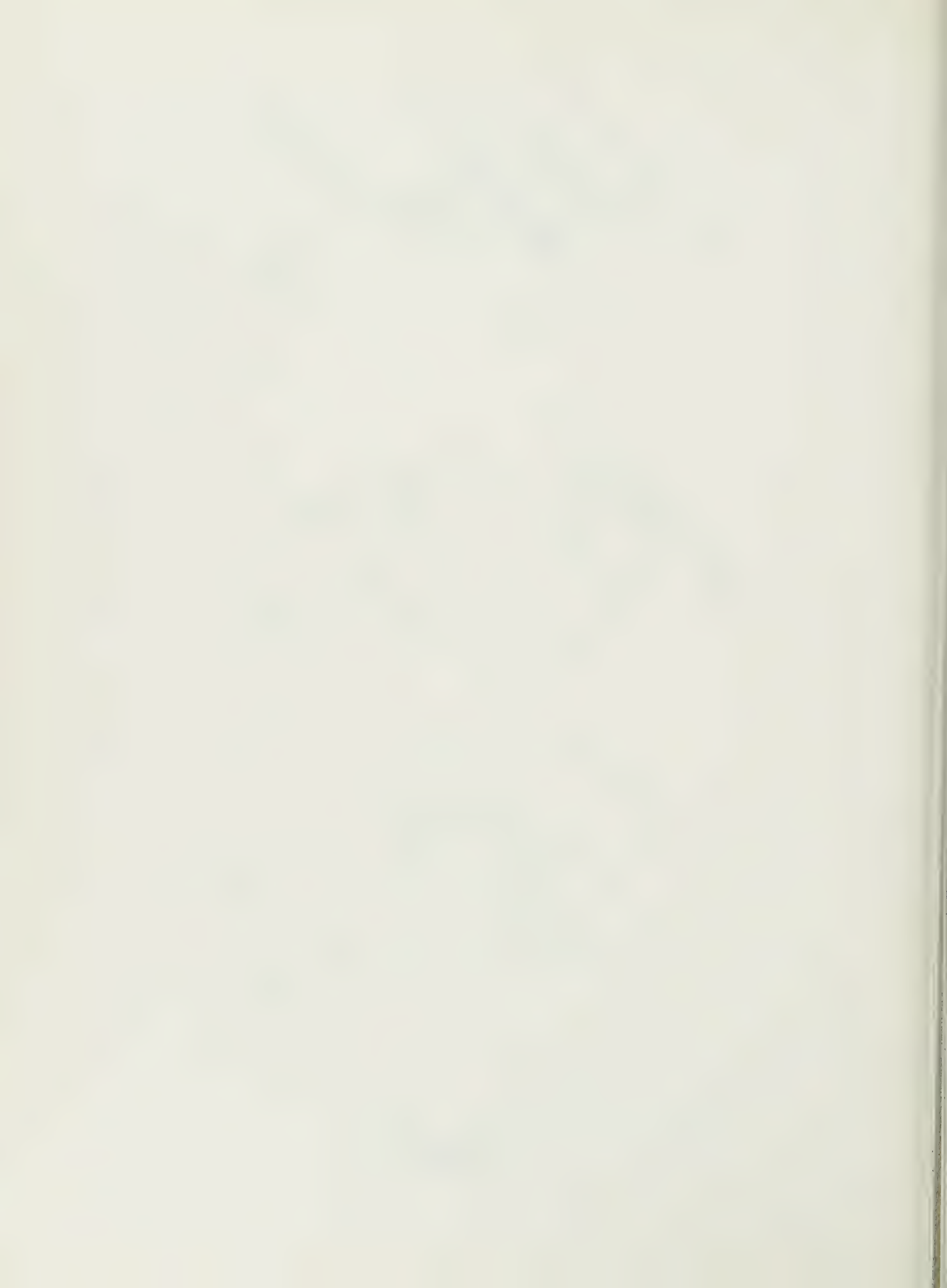


Fig. 16



DEUXIEME THESE

Proposition donnée par la Faculté :

LES FERRITES DE STRUCTURE HEXAGONALE.

Vu et Approuvé

Nancy, le février 1968

Le Doyen de la Faculté des
Sciences

J. AUBRY

Vu et permis d'imprimer

Nancy, le février 1968

Le Recteur de l'Académie,
Président du Conseil de
l'Université

BOMPAIRE

THE

OF THE

OF THE

THE

THE

